

Über ein Filterschälchen zur Behandlung kleiner Niederschlagsmengen

von

Julius Donau.

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

(Mit 5 Textfiguren.)

(Vorgelegt in der Sitzung am 8. November 1910.)

Kürzlich ist ein Filtrationsverfahren angegeben worden,¹ dessen Anwendbarkeit zur Bestimmung geringer Stoffmengen durch eine Reihe von Versuchen erwiesen wurde. Es besteht kurz darin, daß die betreffenden Niederschläge auf kleinen Papierfilterchen, welche auf eigenen Filtrierkapillaren aufgelegt werden, gesammelt und in passender Weise der Wägung mit der Mikrowage zugeführt werden.

Da sich bei der Behandlung einzelner Niederschläge Schwierigkeiten ergeben hatten, deren Grund in der Anwendung des Papierfilters zu suchen war, habe ich mich bemüht, dasselbe durch eine Vorrichtung zu ersetzen, welche dem Gooch'schen Tiegel nachgebildet erscheint. Über die Art, wie hierbei zu verfahren ist, und über die Erfolge, welche sich auf diese Weise erzielen lassen, berichtet die vorliegende Mitteilung.

Anfertigung der Filter.

Aus einer Platinfolie von zirka $0\cdot0035$ *mm* Dicke wird mittels eines Locheisens von 15 *mm* Weite ein Scheibchen herausgeschlagen und an den Rand desselben ein ungefähr

¹ Emich und Donau, Monatshefte für Chemie, 30, 745.

20 *mm* langer Platindraht von 0·1 *mm* Dicke angeschweißt.¹ Der letztere hat den Zweck, später als Henkel zu dienen (Fig. 1).

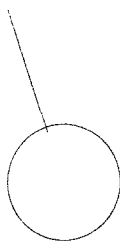


Fig. 1.

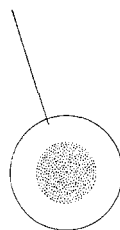


Fig. 2.

Das Scheibchen wird nun mit zahlreichen (80 bis 100) feinen Löchern versehen. Um die einzelnen Löcher möglichst gleich groß zu erhalten, wird das Platinblättchen auf ein Stückchen Filtrierpapier oder dickeres Schreibpapier gelegt, das auf einer ebenen Glasfläche ruht. Sodann werden mittels einer feinen Nähnadel die Löcher aufs Geratewohl hineingemacht, wobei jedoch ein Rand von 3 bis 4 *mm* lochfrei bleiben muß; dies läßt sich dadurch leicht erreichen, daß man die betreffende Randbreite während des Lochens durch einen entsprechend breiten Kartonring o. dgl. schützt (Fig. 2). Das siebartig gelochte Blech wird nun mit der rauhen Seite (herrührend von den scharfen Lochrändern) nach oben auf einen weichen Gummistopfen gelegt, mit einem zylindrisch geformten, unten eben polierten Glasstab, Messingstück oder anderes, von einem Durchmesser von zirka 8 *mm* fest niedergedrückt und dadurch zu einem Schälchen geformt (Fig. 3 und 4).

Das Schälchen wird durch Liegenlassen in warmer Salz- oder Salpetersäure gereinigt. Nun wird es auf die Filtrierkapillare² gelegt

¹ Um das Anschweißen leichter besorgen zu können, wird das Platindrähtchen in einer kleinen Flamme, z. B. aus einer Lötrohrspitze durch leichtes Anlegen an den Rand des Platinscheibchens an letzteres angeklebt.

² Die Filtrierkapillare ist i. c. beschrieben. Für quantitative Zwecke, besonders wenn auch das Filtrat noch benützt werden soll, ist es wichtig, daß die obere Fläche mit zirka 8 *mm* im Durchmesser eben und glatt poliert ist; dann legt sich das Filterschälchen gut an. Im gegenteiligen Falle würde beim Saugen zuviel Luft mitgerissen und dadurch Filtrat verspritzt werden. Um bei den immerhin auftretenden Luftbläschen Verluste durch Verspritzen zu vermeiden, ist es zweckmäßig, das untere Ende der Filterkapillare sehr schräg, z. B.

und bei starkem Saugen der Wasserstrahlpumpe durch wiederholtes Aufgießen von feinem Asbestbrei mit einem guten Filterboden versehen; dieser soll gleichmäßig und zirka einen halben Millimeter dick sein. Größere Fasern sowie feiner Asbeststaub verschlechtern das Filter und sind daher zu vermeiden. Es ist zweckmäßig, während des Filtrierens des Asbestbreies den ent-

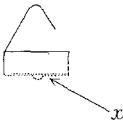


Fig. 4.

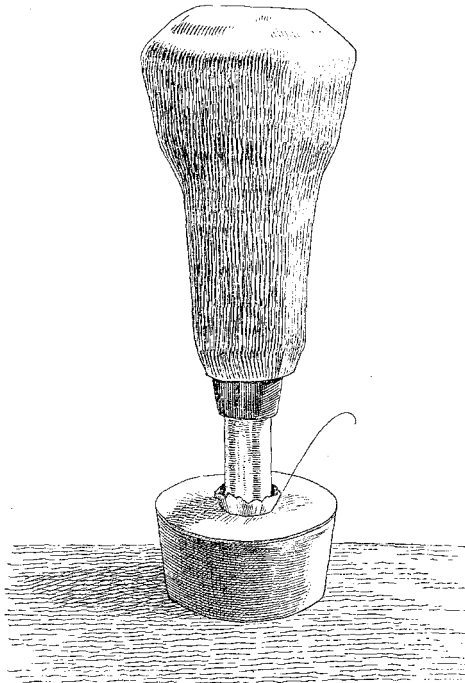


Fig. 3.

stehenden Filterboden durch wiederholtes schwaches Andrücken mit einem abgerundeten Glasstab festzustampfen.

Um ein gutes Asbestfiltermaterial zu bekommen, wird feiner, »chemisch reiner« Asbest in einer Achat- oder Porzellanschale mit etwas Wasser zu

unter einem Winkel von 30° oder weniger abzuschleifen und zu polieren. Dann rinnen die durch Luftbläschen unterbrochenen Flüssigkeitsfäden an die untere Spitze der Kapillare und tropfen dort langsam in das darunterstehende Bechergläschen oder Schälchen. Die oben konische Öffnung der Filterkapillare hat zirka 3 mm im Durchmesser, die Kapillare selbst 0.5 mm .

einem dünnen Brei verrieben, dann die Masse in einen schmalen, hohen Zylinder gegossen, Wasser bis oben hinzugefügt und durchgeschüttelt. Was sich innerhalb etwa einer halben Stunde nicht abgesetzt hat, wird abgegossen und der zurückbleibende Brei neuerdings mit Wasser versetzt, geschüttelt und dekantiert. Dies wird so lange fortgesetzt, bis die über dem Asbest stehende Flüssigkeit nicht mehr milchig getrübt erscheint. Der so erhaltene Asbestbrei wird durch Wasserzusatz noch etwas dünner gemacht und kann jetzt zur Herstellung der Filter benützt werden, indem man ihn mittels eines Glasstabes tropfenweise ins Schälchen bringt. Er wird verschlossen aufbewahrt.

Der Draht des Schälchens wird, während dieses infolge der Pumpenwirkung an der Kapillare haftet, zu einem Henkel gebogen und das Schälchen nach Einstellen des Saugens und Aufheben jedes Minderdruckes mittels einer feinen Pinzette¹ vorsichtig abgehoben, auf einen horizontal befestigten Nernststift² gehängt und mittels eines rauschenden Bunsenbrenners 3 bis 5 Minuten heftig geglüht.

Hierauf kommt das Schälchen wieder auf die Filtrierkapillare, worauf längere Zeit, 3 bis 5 Minuten, je nach der Raschheit des Filtrierens, staubfreies Wasser durchfiltriert wird, wobei abermals mittels des abgerundeten Glasstabes der Boden sachte niedergedrückt werden kann.

Endlich wird das Filter auf einem horizontal eingespannten, rotglühenden Platinblech eine halbe Minute erhitzt und rasch in einen Exsikkator gebracht. Die Größe des Platinbleches muß so gewählt werden, daß eine Einwirkung der Flammengase nicht mehr zu befürchten ist.

Noch vorteilhafter kann die Erhitzung in einem kleinen Heraeus'schen elektrischen Muselofen geschehen. In diesem Falle kommt das Filterschälchen auf ein kleines, aus Blech zusammengebogenes Platingestell oder wird auf einem horizontal gestellten Nernststift aufgehängt. Um jede Verunreinigung von seiten des Ofenmaterials fernzuhalten, wird das Platingestell, beziehungsweise der Nernststift mit einem Platinblech überdacht.

¹ Es empfehlen sich solche mit zahnlosen Enden.

² An einem Platindraht würde der Henkel ankleben.

Das erhitzte Filtrierschälchen kühlt sich im Exsikkator rasch ab und wird nun auf der Nernst'schen Mikrowage¹ austariert.

Um zu erfahren, ob das Filter schon gebrauchsfertig ist, werden hierauf nochmals ungefähr 20 Tropfen Wasser hindurchfiltriert, aber nicht mehr mit Hilfe der Wasserstrahlpumpe, sondern mittels eines Aspirators, welchen man mittels eines Dreiweghahnes einschalten kann. Die folgende Figur 5 zeigt die ganze Saugvorrichtung im Durchschnitte.

Erst nachdem der Filterboden wieder ganz frei liegt, wird durch Umstellung des Hahnes die Pumpe angesetzt und das Filter kurz trocken gesaugt; hierauf wird nochmals am Platinblech geglüht. Die Gewichtskonstanz tritt gewöhnlich schon nach dem zweiten Filtrieren ein. Hier muß auch bemerkt werden, daß nicht größere Mengen Flüssigkeit auf einmal aufgegossen werden dürfen, weil dadurch der Filterboden leicht aufgewühlt werden kann und das Filtrat trüb durchlaufen würde. Es ist am besten, den zweiten Tropfen dann folgen zu lassen, wenn der Filterboden von der Flüssigkeit nicht mehr vollständig bedeckt ist.

In manchen Fällen muß das Filterschälchen bedeckt gewogen werden. Dazu dient ein kleines, ebenfalls mittels eines Locheisens ausgestanztes Platinscheibchen von 8 mm im Durchmesser. Zum leichteren Anfassen mit der Pinzette wird ein kurzes, dünnes Drähtchen angeschweißt.

Das Gewicht des leeren Filterschälchens samt Deckel beträgt rund 0.02 g.²

Man kann auch das so vorbereitete Filter noch etwas vervollkommen, indem man auf den Asbestboden ein hineinpassendes, mit 50 bis 100 Löchern versehenes Scheibchen aus Platinfolie legt, welches sich beim Filtrieren fest anlegt; durch dieses Platinsieb wird verhütet, daß beim Hineintropfen von

¹ Die Empfindlichkeit der verwendeten Wage betrug 0.05 mg pro Teilstrich der 100teiligen Skala. Statt dieser Mikrowage könnte man sich wohl auch einer sehr empfindlichen Kuhlmann'schen Wage bedienen.

² Sein Wert, das Gramm Platinfolie zu 7 Mark gerechnet, macht ungefähr 14 Pfennige aus.

Flüssigkeit der Asbestboden aufgerissen wird, auch verteilt sich der zu sammelnde Niederschlag gleichmäßiger. Das Platin-

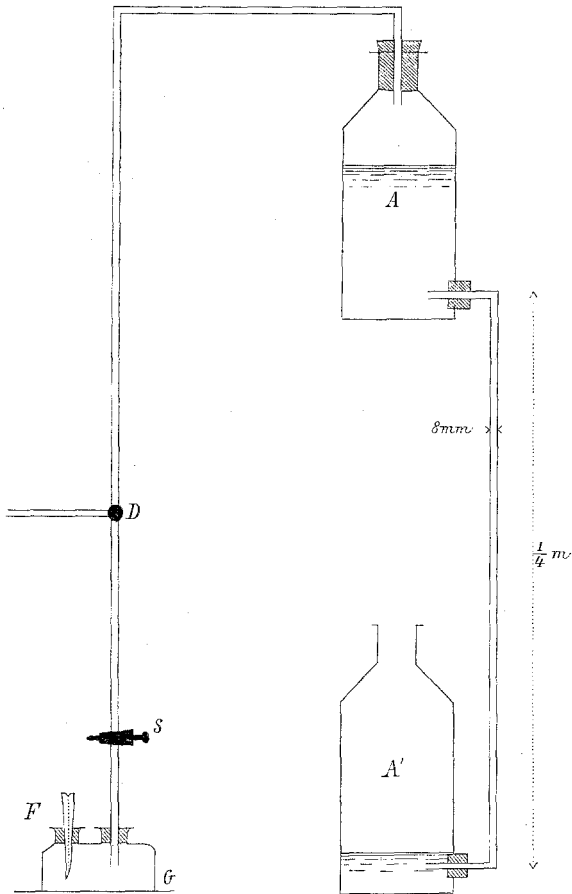


Fig. 5.

A, A' Aspiratorflaschen, je 1 l.

D Dreiweghahn.

S Hahn mit Schwanzbohrung.

F Filterkapillare.

G Glocke.

A wird durch entsprechende Stellung des Hahnes *D* gefüllt.

scheibchen vergrößert bei seinem geringen Gewicht, etwa 5 mg, das Gesamtgewicht des Filterschälchens nur unerheblich. Die damit gewonnenen Resultate bei der Bestimmung von Kupfer

als Oxyd sind in der am Schlusse angegebenen Tabelle angeführt.

Die fertigen Filterschälchen können ohne viel Umstände wiederholt verwendet werden. Hat man z. B. Chlorsilber am Filter, so kann dieses durch einige Tropfen Ammoniak in Lösung gebracht und das Schälchen nach dem Auswaschen, Glühen und Austarieren sogleich wieder verwendet werden. Bei Kalium- oder Ammonbestimmungen mittels Platinchlorid wird der filtrierte Niederschlag im Schälchen geglüht und dann gewaschen, worauf das Filter zu einer beliebigen anderen Filtration geeignet ist usw.

In vielen Fällen muß man den ganzen Filterboden mittels der Pinzette herausheben und neuerdings Asbestbrei durchs Schälchen filtrieren.

Das Filter hat weiters den Vorteil, daß die darauf gesammelten Niederschläge vor Reduktionswirkungen seitens des Filtermaterials sicher sind; andererseits können mit den Niederschlägen gleich am Filter verschiedene Operationen vorgenommen werden: so wird Antimonsulfid über rauchender Salpetersäure schon nach wenigen Minuten komplett oxydiert; es kann nach dem Glühen als Tetroxyd gewogen werden. Ebenso können andere Oxydations- und auch Reduktionswirkungen in wenigen Augenblicken durchgeführt werden.

Hat man es mit der Filtration von flußsäurehaltigen Flüssigkeiten zu tun, so wählt man an Stelle des Asbestes Platinmohr. In diesem Falle bringt man etwas Ammoniumplatinchlorid auf das Schälchen, erwärmt langsam bis zur Rotglut und wiederholt dies, bis der Boden vollständig mit Platinmohr bedeckt ist; auch hier ist es vorteilhaft, den Filterboden mit einem abgerundeten Glasstab zu ebnen. Im übrigen wird wie oben verfahren.

Das Filtrieren.

Das nach der vorstehend beschriebenen Art vorbereitete Filterschälchen wird auf die Filtrierkapillare so aufgelegt, daß die durch den verbrochenen Rand der Öffnung beim Saugen entstandene kleine Einsenkung (Fig. 4, x) wieder in ihre alte Stellung, das ist in den verbrochenen Rand hinein zu liegen kommt. Zuerst wird kurze Zeit stark angesaugt und der Henkel

zur Seite gebogen. Hierauf wird durch den Dreiweghahn der Aspirator in Tätigkeit gesetzt und mit der Filtration der Probe begonnen. Das Filtrat gelangt durch die Filtrierkapillare in ein kleines Schälchen oder Bechergläschen und kann gegebenenfalls weiter untersucht werden.

Die letzten Reste des Niederschlages werden in der üblichen Weise, d. h. mittels eines dünnen Glasstäbchens entfernt, das am Ende eine Gummikappe trägt. Oft ist ein Federföhnchen besser brauchbar. Es hat sich überdies gezeigt, daß in vielen Fällen die Genauigkeit weniger leidet, wenn minimale Spuren des Niederschlages im Fällungsgefäß verbleiben, als wenn man durch Anwendung von zuviel Flüssigkeit größere Niederschlagsmengen in Lösung bringt. So löst bekanntlich 1 cm^3 Wasser etwa 0.0025 mg Bariumsulfat, also eine Menge, die bei unseren Methoden schon in Betracht kommt. Sehr oft kann man den Niederschlag auch ohne Glasstab durch einfaches Schiefhalten des Fällungsgefäßes und gleichzeitiges Hineinspritzen eines dünnen Wasserstrahles in das Filterschälchen bringen.

Nach dem Waschen des Niederschlages, das größtenteils schon während des Filtrierens geschehen ist, wird das Filter durch kurzes Ansaugen mit der Pumpe äußerlich trocken gesaugt, der Henkel zurecht gebogen, dann nach Einstellung des Atmosphärendruckes (S, Fig. 5) abgehoben und je nach der Natur des Niederschlages weiter behandelt.

Das Trocknen bei bestimmten Temperaturen geschieht in einer 8 bis 10 *cm* langen Eprouvette von 2 bis 3 *cm* Durchmesser, welche mittels eines Korkes verschlossen ist, der mit zwei Bohrungen versehen ist; durch die eine führt ein Thermometer, an dessen Ende ein Platinhäkchen zum Aufhängen des Schälchens befestigt ist; die andere seitliche Bohrung dient zum Einführen eines Gaseinleitungsrohres für den Fall, wenn z. B. in einer Kohlensäureatmosphäre getrocknet werden soll. Die Eprouvette selbst befindet sich in einem passenden (Schwefelsäure-, Luft-) Bad.

Der Zeitaufwand ist bei dieser neuen Filtrationsmethode ein etwas größerer als bei den früher mitgeteilten Versuchen (l. c.) mit den Papierfiltern, dafür ist aber auch die Sicherheit und Bequemlichkeit des Arbeitens eine größere.

In der nun folgenden Tabelle sind die bisher ausgeführten Bestimmungen zusammengestellt.

Ausgangssubstanz, Gewicht 1 bis 3 mg	Art der Bestimmung	Wägungs- form	Resultate in Prozenten		Unterschied
			berechnet	gefunden	
Brehweinsteinlösung	Fällung mit H_2S -Gas, Erhaltung im CO_2 - Strome, Trocknung des Sulfids im Luft- oder CO_2 -Bade bei 240° — oder Verwend- lung in Sb_2O_4 durch Verweilen von Sb_2S_3 in einer HNO_3 -Atmosphäre und Gütchen des Schälchens	Sb_2S_3 » Sb_2O_4 » Sb_2S_3	0·170	0·169	—0·001
				0·168	—0·002
				0·169	—0·001
				0·169	—0·001
				0·171	+0·001
Arsenige Säure	Fällung wie beim Antimon. Niederschlag bei 100° getrocknet	As_2S_3	100	99·5	—0·5
				99·2	—0·8
				99·1	—0·9
				99·6	—0·4
				99·4	—0·6
Zinnchloridlösung	Fällung der neutralisierten Lösung mit Ammonitrat, nach längerem Stehen filtriert, allmählich bis zur Rotglut erhitzt und etwa 20 Minuten bei dieser Temperatur erhalten	SnO_2	makro- chemisch er- mittelte Gehalt 0·530	0·539	+0·009
				0·526	—0·004
				0·530	—
				0·535	+0·005
				0·533	+0·003
	0·530	—			

Ausgangssubstanz, Gewicht 1 bis 3 mg	Art der Bestimmung	Wägungs- form	Resultate in Prozenten		Unterschied
			berechnet	gefunden	
Lösung von Eisenchlorid+Kochsalz	Fällen mit Ammoniak, Waschen und Glühen des Niederschlages am Platinblech	Fe_2O_3	0.345	0.347 0.346 0.349 0.348	+0.002 +0.001 +0.004 +0.003
Kaliumsulfatlösung (mit Kochsalz verunreinigt)	Fällung nach dem Versetzen mit Alkohol und Äther mit konzentrierter Platinchlor- wasserstoffsäure, Waschen mit Äther- Alkohol-Salzsäuregemisch und Trocknen bei 100° (Rose II, p. 11)	K_2PtCl_6	0.160	0.158 0.160 0.162 0.163 0.158	-0.002 — +0.002 +0.003 -0.002
Silberdraht (die Lösung wurde durch Kupfernitrat verunreinigt)	Fällung mit verdünnter Salzsäure, nach dem Absetzen des Niederschlages filtriert und bei 110 bis 120° in der Eprouvette getrocknet	AgCl	100	99.8 99.6 99.5 99.6	-0.2 -0.4 -0.5 -0.4
* Chemisch reines Kupfer (elektrolytisch gewonnen)	Fällung der heißen Lösung mit Kalilauge, Waschen und Glühen des Niederschlages bis zur Gewichtskonstanz	CuO	100	100.3 100.1 99.7 99.6 99.8	+0.3 +0.1 -0.3 -0.4 -0.2