

Über ein neues mikrogewichtsanalytisches Verfahren

Von

JULIUS DONAU

Aus dem Institut für Biochemie und Mikrobiologie der Technischen Hochschule in Graz

(Mit 2 Textfiguren)

(Vorgelegt in der Sitzung am 14. Jänner 1932)

Vor mehr als zwanzig Jahren habe ich ein Mikrofilter zur quantitativen Bestimmung kleiner Niederschlagsmengen¹ beschrieben, welches aus zwei ineinandergepreßten Platinfolien-schälchen bestand, zwischen deren siebartig durchlochtem Böden sich eine Lage von Platinschwamm als Filtermasse befand. Einige Jahre später berichtete ich über eine Kombination² des genannten Filterschälchens mit einem ebenfalls aus Platinfolie durch Pressen hergestellten Schälchen, in welchem die Fällungen vorgenommen wurden. Letzteres wurde auf das andere aufgelegt und mit diesem gemeinsam auf der Waage austariert. Nach beendetem Filtrieren, Trocknen usw. wurden die verwendeten Schälchen wieder gewogen, wodurch natürlich auch die Niederschlagsmenge, die auf dem Fällungsschälchen noch haftete, mitgewogen wurde.

Durch dieses Verfahren gelang es, eine allen gewichtsanalytischen Makromethoden anhaftende Fehlerquelle gänzlich auszuschalten. Obgleich dieses Verfahren, soweit es die betreffenden analytischen Methoden überhaupt zuließen, weitestgehend genaue Ergebnisse lieferte (vgl. Beleganalyse I. v. 1 u. 2), fand es nur geringe Beachtung. Ein Grund hierfür mag die Tatsache sein, daß es in später erschienenen Sammelwerken und Lehrbüchern mit wenigen Ausnahmen³ wohl zu Unrecht übergangen wurde. Vielleicht erschien auch diese Methode im ersten Augenblick zu

¹ Über ein Filterschälchen zur Behandlung kleiner Niederschlagsmengen. *Monatsh. Chem.* 32, 1931, S. 31—40, bzw. *Sitzb. Ak. Wiss. Wien (IIb)* 120, 1911, S. 31—40.

² *Monatsh. Chem.* 34, 1913, S. 553—560, bzw. *Sitzb. Ak. Wiss. Wien (IIb)* 122, 1913, S. 553—560.

³ F. EMICH, *Methoden der Mikrochemie, Handbuch der biologischen Arbeitsmethoden von Abderhalden*, Abt. 1, 3. Teil, 1921, S. 293.

schwierig in der Arbeitsweise, weil sie immerhin eine gewisse Geschicklichkeit des Arbeitenden voraussetzte. Mußte man doch beim Filtrieren das Fällungsschälchen mittels einer Pinzette *über* das Filterschälchen *halten* und es derart abspülen, daß *kein Tropfen außerhalb des Filters fiel*.

Professor FUHRMANN regte nun an, mikrogravimetrische Methoden für die Bestandteile der Asche von Mikroorganismen auszuarbeiten, was mich veranlaßte, das alte Verfahren zu revidieren und im wesentlichen neu zu gestalten. Dabei kam es in erster Linie darauf an, die neue Methode bei gleicher Genauigkeit in der Durchführung leicht und einfach, also jedermann zugänglich zu machen und sie trotzdem in jeder Hinsicht *zeit-sparend* einzurichten.

Das Prinzip der erzielten Verbesserung und Vereinfachung dieser neuen Methode liegt im wesentlichen darin, daß das *Fällungsschälchen* nicht mehr *auf* das Filterschälchen aufgelegt, sondern *in* dasselbe *eingestellt* wird, weiters, daß es eine solche Form und Größe hat, die es ermöglichen, darin ohneweiters Fällungen vornehmen zu können und endlich, daß bei einer gewissen Füllung des Schälchens infolge kapillarer Kräfte sich eine *selbsttätige Entleerung* dessen vollzieht. Die Filtration und das Auswaschen des Niederschlages werden dadurch rasch und gründlich bewerkstelligt.

A. Herstellung der Filtrierngarnitur.

Die Filtrierngarnitur besteht aus der Kombination „Filterschälchen und Fällungsschälchen“ und der „Filtriereinrichtung mit Pumpe und Aspirator“. Filter und Fällungsschälchen sind leicht selbst herzustellen, weshalb deren Anfertigung beschrieben sei.

F i l t e r s c h ä l c h e n .

Zur Herstellung eines *Filterschälchens*⁴ werden aus einer zirka 0.004 mm dicken Platinfolie, die nicht porenfrei zu sein braucht, mittels eines Lochs Eisens von 20 mm Durchmesser drei Scheibchen ausgestanzt. Zur Schonung der Folie legt man sie beim Aus-

⁴ Die Firma Heraeus, Hanau, hat sich bereit erklärt, Filter und Fällungsschälchen gebrauchsfertig zu liefern. Außer den genannten Dimensionen des Schälchens kommen je nach Bedarf auch größere und kleinere in Betracht.

geschlagen zwischen glattes Schreibpapier. Das Ausstanzen geschieht auf der ebenen Stirnseite eines Hartholzklotzes als Unterlage. Verfügt man über porenfreie Folien, so genügen zwei Scheibchen; bei porenhaltigen Folien muß man zwei von den ausgestanzten Scheibchen zu einem zusammenschweißen. Zu diesem Behufe werden die beiden Scheibchen übereinandergespaßt und mittels einer Pinzette mit Platinspitzen in die heiße Bunsenflamme gehalten, um sie oberflächlich zusammenzukleben. Hierauf schweißt man sie auf einem kleinen, schmalen Amboß mit polierter Bahn in einer feinen, auf die Schlagstelle gerichteten Stichflamme mit kurzen, schwachen Schlägen eines sehr kleinen Hammers zusammen. Vor eine starke Lichtquelle gehalten, darf das vereinigte Scheibchenpaar keine Poren erkennen lassen, was besonders für die Randzone von zirka 3 mm Breite gilt. Nötigenfalls muß man noch ein drittes Scheibchen hinzuschweißen, welcher Fall aber selten eintritt. Nunmehr schweißt man an zwei gegenüberliegenden Stellen des Scheibchens die Enden

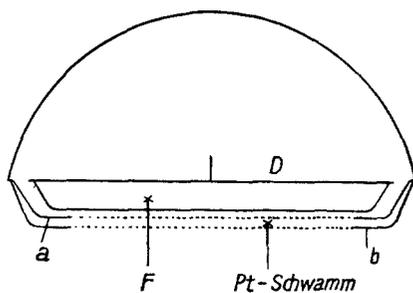


Fig. 1.

eines Platindrahtes von 0,1 mm Dicke und etwa 45 mm Länge an. Dieser Draht dient als Henkel des fertigen Schälchens zwecks leichteren Transportes desselben (Fig. 1, A und B).

Die randporendicht vorbereiteten Scheibchen müssen nun siebartig gelocht werden, was in einfacher Weise dadurch geschieht, daß man auf eine ebene Glasplatte ein Blatt starkes Schreibpapier legt, darauf das Platinfolien-scheibchen, auf dieses ein gleich großes Papierscheibchen, dann das zweite Platinfolien-scheibchen und endlich ein aus Millimeterpapier gestanztes, ebenfalls gleich großes Scheibchen. Um die Perforierung bis auf einen schmalen Rand von zirka 2 mm gleichmäßig durchführen zu können, empfiehlt es sich, einen entsprechenden Kartonring als Maske aufzulegen. Man macht nun in Anlehnung an die Millimeterteilung durch *senkrecht*es Einstechen einer feinen, kurz gefaßten Nähnadel 100—200 feine Löcher. Nach Beendigung der Lochung werden die einzelnen Teile sorgfältig auseinandergenommen. Um nun die gelochten Scheibchen in die Schälchenform zu bringen, legt man zunächst das mit dem Draht versehene

Scheibchen, mit der von der Lochung aufgerauhten Seite nach oben, auf eine *weiche, dicke Gummiplatte*, drückt es mittels eines polierten Metallstempels⁵ von 15 mm Durchmesser vorsichtig in dieselbe ein und streift dann das Schälchen ab. In das so gewonnene *Siebschälchen* bringt man in 1 mm dicker, den ganzen Boden gleichmäßig bedeckender Schicht feinst pulverisierten *Platinsalmiak*⁶. Nun wird durch *allmähliches* Erwärmen auf einer ebenen Quarz- oder Porzellanplatte als Unterlage das Platinsalz in Platinschwamm übergeführt. Das Nachfüllen und Umwandeln in Schwamm erfolgt so oft, bis das Schälchen, gegen eine starke Lichtquelle betrachtet, keinerlei Poren mehr erkennen läßt. Hierauf wird das zweite Siebscheibchen, dieses jedoch mit der *rauh*en Seite nach *unten*, mit dem gleichen Stempel in die Gummiplatte gedrückt und, *ohne* dasselbe vom Stempel zu nehmen, unmittelbar in das erste mit Platinschwamm gefüllte Schälchen *eingepreßt*. Man kann den Schälchenrand noch vorsichtig verschweißen, was aber nicht unbedingt erforderlich ist. Will man ein Schälchen von ganz bestimmtem Gewicht herstellen, so tariert man vor dem Einpressen des zweiten Schälchens mit Platinschwamm das betreffende Gewicht vorher aus. Als Deckel (*D* in Fig. 1) dient eine aus dünner Folie mittels eines Locheisens von 16 mm Durchmesser ausgestanzte Scheibe, bei der auf Porenfreiheit nicht zu achten ist. In der Mitte oder am Rande des Deckels wird ein schmales, sehr dünnes, etwa 2 mm langes Platinstreifchen als Griff angeschweißt. Dieser Deckel muß in das Schälchen leicht hineingehen und bezweckt, Verluste beim Trocknen und Glühen der Niederschläge zu verhüten.

Das *fertige Filterschälchen* (Fig. 1) wird nun auf der später beschriebenen Filterplatte gut gewaschen, getrocknet und auf einer geeigneten Unterlage (Quarz- oder Porzellanplatte) schwach geglüht. Diese Operationen müssen selbstverständlich bis zur erreichten Gewichtskonstanz wiederholt werden. Man *hüte sich*, das *Filterschälchen direkt* in die heiße Flamme des Brenners zu halten, da die Platinfiltermasse dadurch rissig und unbrauchbar würde.

Filterschälchen, welche zur Filtration *leicht* durchgehender Niederschläge dienen sollen, sind mit einem besonders dichten

⁵ Der Stempel ist etwas konisch, so daß der Schälchenrand einen um etwa 3 mm größeren Durchmesser hat als der Boden.

⁶ Nur äußerst feinpulveriges Material ist hierzu geeignet. Ein solches liefert die Firma Heraeus.

Filterboden dadurch zu erhalten, daß die Filtermasse mit einem unten ebenen Glas- oder Hartgummistab zusammengedrückt wird. Solche Filter arbeiten etwas langsamer und werden deshalb nur für besondere Zwecke verwendet.

Fällungsschälchen.

Zur Herstellung des *Fällungsschälchens* stanz man aus Platinfolie von zirka 0.01 mm Dicke Scheibchen von 16 mm Durchmesser. Diese müssen *unbedingt porenfrei* sein. Sollten porenfreie Folien nicht erhältlich sein, schweißt man zwei oder mehrere gleich große Scheibchen zusammen, wie es für die Filterscheibchen angegeben ist. Vor der Formung wird zwecks leichteren Anfassens ein dünnes Platinstreifchen angeschweißt. Das Pressen geschieht wie beim Filterschälchen, nur verwendet man einen Stempel von 14 mm Durchmesser. Die dabei entstehenden Randfalten dürfen nicht zu eng aneinandergedreht sein, sondern müssen wellig verlaufen, was sich durch vorsichtiges und langsames Eindrücken des Stempels ohne weiteres erzielen läßt.

Zwecks *Prüfung* des Schälchens auf *absolute Porenfreiheit* wird dasselbe auf rotes Lackmuspapier gestellt und mit verdünnter Lauge fast bis zum Rand gefüllt. Selbst nach 10 Minuten darf sich am Lackmuspapier keine Blaufärbung zeigen.

Das fertige Fällungsschälchen (I in der Fig. 1) muß in das Filterschälchen so hineinpassen, daß es den Seitenwandungen des letzteren nirgends anliegt. Die ganze Garnitur, bestehend aus Filterschälchen und Fällungsschälchen mit Deckel, wiegt rund 400 mg.

Wenn man nun das Filterschälchen samt dem darin liegenden Fällungsschälchen auf die Filterplatte bringt und das Fällungsschälchen durch eine größere Anzahl von Tropfen aus der Spritzflasche⁷ zum Überfließen bringt, so *filtriert die Flüssigkeit durchs Filterschälchen und zieht infolge kapillarer Wirkung auch die im Fällungsschälchen befindliche Menge mit, so daß dieses von selbst leer wird.* Ein darin befindlicher Niederschlag geht nur zum geringsten Teil ins Filterschälchen und kann durch wiederholtes Behandeln mit der vorgeschriebenen Waschflüssig-

⁷ Um die lästige Luftblasenbildung beim Abtropfen zu vermeiden, verwende man statt der weiten Spritzröhre, die am Ende erst spitz zuläuft, eine kapillare Spritzröhre mit etwa $\frac{1}{2}$ mm innerer Weite. Vgl. Mikrochemie, 8, S. 260.

keit, wobei sich das Schälchen immer wieder selbst entleert, leicht mitgereinigt werden.

In Fig. 1 ist die ganze Anordnung, Filterschälchen und Fällungsschälchen mit Deckel im schematischen Schnitt in 1·5-facher Vergrößerung wiedergegeben.

Filtriervorrichtung.

Die *Filtriervorrichtung* (Fig. 2 in $\frac{1}{3}$ natürlicher Größe) besteht aus einer auf die Mattglasscheibe *S* aufgeschliffenen Glasglocke *G*, die oben eine Öffnung besitzt, in welche der Mikrotrichter *T* eingeschliffen ist. Seitlich an der Glasglocke befindet sich ein Ansatzrohr *D*, welches über einen Dreiweghahn zu dem Aspirator und der Wasserstrahlpumpe führt⁸. Im Innern der Glocke steht ein Auffanggefäß *B*, z. B. ein Becher, welcher zur leichteren Beurteilung der Filtratmenge eine Teilung besitzt. Damit die Glocke auf der Unterlage nicht ohne weiteres verschoben werden kann, ist im Innern ein kleiner Sockel *U* angebracht, welcher etwa 5 mm in die Glocke hineinragt.

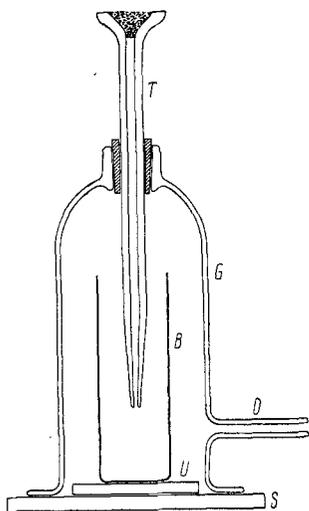


Fig. 2.

Der *Mikrotrichter T* besitzt ein nach unten etwas verjüngtes Glasrohr von etwa $1\frac{1}{2}$ mm innerer Weite, während der obere trichterförmig erweiterte Teil mit gesinterter Glasmasse von der Korngröße 3 (Glaswerke *Schott & Genossen*, Jena) ausgefüllt ist. Die Filtermasse muß auf jeden Fall so beschaffen sein, daß sie die Flüssigkeiten sehr rasch durchläßt.

Der Vorteil dieses Mikrotrichters oder richtiger der *Mikrofilterplatte* gegenüber der bisher verwendeten Filtrierkapillare⁹ liegt im wesentlichen in der gleichmäßigen Verteilung der Saugwirkung auf die ganze Bodenfläche des aufgelegten Filterschäl-

⁸ Monatsh. Chem. 32, 1911, S. 31–40, bzw. Sitzb. Ak. Wiss. Wien (IIb) 120, 1911, S. 31–40.

⁹ Sitzber. d. Kaiserl. Akad. d. Wiss., Wien, 118, S. 515.

chens und weiterhin darin, daß die Filtrierfläche vollkommen eben ist und an derselben kein erweitertes Loch wie die Filtrierkapillare besitzt, weshalb beim Ansaugen mit der Wasserstrahlpumpe die Schälchen nicht deformiert werden.

Bezüglich der Größenverhältnisse der einzelnen Bestandteile der Filtriervorrichtung sei bemerkt, daß die Fig. 2 einem Drittel der natürlichen Größe der Einrichtung entspricht.

B. Verwendung der Filtriergarnitur.

Mit den soeben beschriebenen Einrichtungen führt man im allgemeinen quantitative Mikroanalysen anorganischer Stoffe wie folgt aus:

Die betreffende Substanz wird zunächst auf irgendeiner Mikrowaage in der erforderlichen Menge eingewogen. Zu diesem Zwecke wird zuerst das Filterschälchen mit dem darin befindlichen Fällungsschälchen austariert. Bei Benützung der Mikrowaage¹⁰ des Verfassers wird das System so tariert, daß der Zeiger nahe dem Skalenanfang steht. Hierauf wird die zu untersuchende Substanz ins Fällungsgefäß gebracht und gewogen. Handelt es sich um eine Flüssigkeit, so wird dieselbe auf einer gewöhnlichen Analysenwaage eingewogen. Um hiebei Verluste durch Verdunstung zu vermeiden, kann man die Wägung z. B. unter einer auf eine Unterlage aufgeschliffenen kleinen Glasglocke vornehmen¹¹. Die Lösung der Substanz im Fällungsschälchen wird mit wenigen Tropfen der entsprechenden Lösungsmittel vorgenommen. Dabei müssen selbstverständlich alle platinangreifenden Reagenzien vermieden werden. Sind solche nicht zu umgehen, wird man ähnliche Schälchen aus Porzellan oder Quarz verwenden, wobei man sich in deren Dimensionen möglichst jenen des Fällungsschälchens nähert. In jenen Fällen, bei denen durch den Auflösungsprozeß der Probe Verluste durch Gasentwicklung zu befürchten sind, wird man durch Anwendung von anderen nicht gasentwickelnden Reagenzien die Substanz zu lösen versuchen¹².

¹⁰ Eine neue Mikrowaage mit proportionalen Ausschlägen und Dämpfung der Schwingungen hat der Verfasser in der Zeitschrift *Mikrochemie*, Band IX, 1931, beschrieben. Eine Wägung ist in wenigen Sekunden ausgeführt.

¹¹ *Monatsh. Chem.* 36, 1915, S. 381—390, bzw. *Sitzb. Ak. Wiss. Wien* (IIb) 124, 1915, S. 381—390.

¹² So kann man z. B. manche Karbonate durch Erhitzen zunächst in Oxyde umwandeln und dann in Salzsäure lösen.

sofern man in diesen Fällen nicht lieber die von mir seinerzeit beschriebenen Fällungsröhrchen¹³ verwenden will.

Das *Fällungsmittel* wird aus entsprechenden kleinen Pipetten nur tropfenweise zugesetzt. Soll die Fällung heiß erfolgen, so wird das Fällungsschälchen auf einen kleinen *Heizblock*¹³ gestellt und mit einem Glasdeckel überdeckt.

Nach erfolgter Fällung wird das Filterschälchen samt dem darin befindlichen Fällungsschälchen auf die Mikrofilterplatte gebracht, das Fällungsschälchen in der bereits beschriebenen Weise entleert und der Niederschlag vorschriftsmäßig gewaschen.

Nachdem durch Prüfung eines Tropfens des aus dem Trichter laufenden Filtrates vollkommenes Auswaschen festgestellt ist, wird durch Einschaltung der Wasserstrahlpumpe ganz kurz und scharf abgesaugt und das Schälchen nach Aufhören des Unterdruckes abgenommen.

Behufs Trocknung stellt man die noch feuchten Schälchen in einen *Mikrotrockenblock*¹⁴, welcher ein seitlich oder besser in den Boden eingestecktes Thermometerchen besitzt. Es genügt, wenn diese Thermometer eine Teilung von 5 zu 5 Graden besitzen und Temperaturen bis 300° anzeigen. Der Mikrotrockenblock, der nach Art des Stählerschen Blockes aus *Aluminium* angefertigt ist, wird nach dem Einstellen der Schälchen mit einem Uhrglas (konkave Seite nach oben) bedeckt. Um sich von der erfolgten Trocknung zu überzeugen, wechselt man das Uhrglas durch ein kaltes aus, welches sich bei noch nicht völliger Trocknung sogleich mit einem leicht wahrnehmbaren Feuchtigkeitshauch beschlägt. Die Trocknung ist meist nach zwei bis drei Minuten beendet. Aus dem Trockenblock kommen die Schälchen entweder sogleich in den *Exsikkator* oder gegebenenfalls erst nach erfolgtem Glühen. Die Abkühlung im Exsikkator¹⁵ ist in zirka einer Minute erledigt, worauf die Schälchen gewogen werden.

Mit der eben geschilderten Einrichtung und Arbeitsweise wurde nun eine Reihe von Bestimmungen ausgeführt, aus der die folgenden näher mitgeteilt seien.

¹³ Monatsh. Chem. 36, 1915, S. 381—390, bzw. Sitzb. Ak. Wiss. Wien (II b) 124, 1915, S. 381—390.

¹⁴ l. c.

¹⁵ Monatsh. Chem. 36, 1915, S. 385, bzw. Sitzb. Ak. Wiss. Wien (II b) 124, 1915, S. 385.

1. Chlorbestimmung.

Chemisch reines Kaliumchlorid wird in Mengen von 1 bis 3 mg eingewogen und in 1—2 Tropfen schwach mit HNO_3 angesäuertem Wasser aus der Spritzflasche gelöst. Nach erfolgter Lösung wird durch Einfallenlassen eines weiteren Tropfens die Flüssigkeit durchgemischt. Die Fällung erfolgt mit 1 bis 3 Tropfen (je nach der Einwaage) einer 10%igen Silbernitratlösung.

Nach erfolgter Fällung kommen die Schälchen auf den auf 100° erhitzten Heizblock. Nach Klärung und Absitzen des Niederschlages wird filtriert und mit etwas salpetersäurehaltigem Wasser bis zum Verschwinden der Silberreaktion gewaschen. Die Verwendung des Aspirators ist sehr oft unnötig, da schon der Zug der Flüssigkeitssäule im Mikrotrichter zu einer raschen Filtration führt.

Nach erfolgtem Auswaschen werden die Schälchen mit dem anfangs mitaustarierten Deckel bedeckt, im Trockenblock bei zirka 170° C getrocknet und nach dem Abkühlen im Exsikkator gewogen.

Die ganze Bestimmung ausschließlich der Wägungen erfordert etwa 10 Minuten. Die Beleganalysen sind am Schlusse tabellarisch zusammengestellt.

2. Eisenbestimmung.

Aus einer *Eisenchloridlösung* von makrochemisch genau ermitteltem Gehalt werden aus einem Wägefäschchen mit entsprechenden Vorkehrungen gegen Verdunstungsverluste oder unter einer kleinen Glasglocke mehrere Tropfen auf einer gewöhnlichen Analysenwaage ins Fällungsschälchen eingewogen.

Nach dem tropfenweisen Füllen mit überschüssigem Ammoniak und nach kurzem Stehen auf dem erwärmten Heizblock wird der Niederschlag mit heißem Wasser bis zum Verschwinden der Chlorreaktion gewaschen. Vor dem Glühen müssen die Schälchen im Trockenblock getrocknet werden. Nach dem Erkalten im Exsikkator wird das Eisenoxyd in den vorher austarierten Schälchen gewogen.

Die Reinigung und Wiederbrauchbarmachung der Filter- und Fällungsschälchen ist in den meisten Fällen sehr einfach. Während man bei den vorhin beschriebenen Chlorbestimmungen

das Chlorsilber durch längeres Behandeln mit konzentriertem Ammoniak leicht entfernt, gelingt die Reinigung bei Eisenbestimmungen durch Behandeln mit konzentrierter Salzsäure.

3. Schwefelsäurebestimmung.

Da der Barytniederschlag sehr leicht durchs Filter läuft, ist es, wie bereits erwähnt, nötig, für diesen und ähnliche Fälle besonders dichte Fällungsschälchen bereit zu halten. Als Test wurde chemisch reines Ammonsulfat gewählt.

Nach dem Einwägen der Substanz in das Fällungsschälchen wird dieselbe gelöst und auf dem Heizblock auf zirka 100° erhitzt. Die Fällung erfolgt tropfenweise mit heißer Bariumchloridlösung. Nach kurzem Stehen auf dem Heizblock wird filtriert und mit heißem Wasser bis zum Verschwinden der Chlorreaktion gewaschen. Die vorerst getrockneten Schälchen werden dann schwach gegläht, nochmals mit wenig heißem Wasser gewaschen, getrocknet und abermals gegläht. Ich habe schon seinerzeit¹⁶ darauf hingewiesen, daß die bei der Fällung von Bariumsulfat mitgerissenen Salze, die sich bekanntlich nur schwer oder nicht auswaschen lassen, leicht entfernt werden können, wenn das Bariumsulfat durch Glühen die Adsorptionskraft eingebüßt hat. Die Reinigung der Schälchen erfolgt durch warme konzentrierte Schwefelsäure.

4. Kaliumbestimmung.

Die eingewogene kaliumhaltige Substanz wird nach ihrer Auflösung oder Aufschließung mit einem Überschuß einer 20%igen Platinchloridchlorwasserstofflösung tropfenweise gefällt und die Flüssigkeit auf dem Heizblock bei etwas unter 100° fast eingedampft. Hierauf werden die Schälchen auf die Filterplatte gebracht und nach Zusatz von 96%igem Alkohol etwa $\frac{1}{4}$ Stunde stehen gelassen. Nun wird durch einen weiteren Zusatz von Alkohol die Filtration eingeleitet und mit Alkohol bis zum Verschwinden der Chlorreaktion gewaschen. Die Schälchen werden sodann samt dem Niederschlag und zur Vermeidung von Verlusten durch Dekrepitation mit dem Deckel bedeckt, bei etwa 150° im Trockenblock bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Um nun die richtige

¹⁶ Monatsh. Chem. 34, 1913, S. 553—560, bzw. Sitzb. Ak. Wiss. Wien (IIb) 122, 1913, S. 553—560.

Menge des vorhandenen Kaliumplatinchlorids zu erfahren, wird dieses durch längeres Auswaschen mit heißem Wasser wieder entfernt und die Schälchen mit den etwaigen Verunreinigungen zurückgewogen. Ich fand, daß die Filterschälchen bei alleinigem Behandeln mit Platinchloridwasserstoff erheblich an Gewicht *zunehmen*, ohne daß sich diese Zunahme durch langes Waschen mit Wasser oder selbst Salpetersäure beseitigen ließ. Daher fielen die Resultate oft um 1% und darüber zu hoch aus. Erst nach Berücksichtigung dieser vom Reagens herrührenden Gewichtszunahme durch Zurückwägen nach der Entfernung des Kalium-

Tabelle der Beleganalysen.

Zu	Ausgangssubstanz	Wägeform	Gesuchter Bestandteil	Resultat in %		Anmerkung	
				gefunden	berechnet		
1	KCl		AgCl	Cl	—	47·56	
	<i>a</i>	12·61 ¹⁷	24·30	6·00	47·60	—	
	<i>b</i>	23·72	45·68	11·30	47·63	—	
	<i>c</i>	27·45	52·90	13·09	47·69	—	
	<i>d</i>	14·22	27·40	6·78	47·69	—	
2	Fe ₂ Cl ₃ -Lsg.		Fe ₂ O ₃	Fe	—	0·532	Der Gehalt wurde auf makrochemischem Weg ermittelt
	<i>a</i>	0·0545 mg ¹⁸	0·415 mg	0·290 mg	0·533	—	
	<i>b</i>	0·1485 mg	1·130 mg	0·791 mg	0·533	—	
	<i>c</i>	0·1956 mg	1·490 mg	1·043 mg	0·532	—	
3	(NH ₄) ₂ SO ₄		BaSO ₄	SO ₄	—	72·7	
	<i>a</i>	42·30	74·68	30·72	72·6	—	
	<i>b</i>	35·40	62·64	25·78	72·8	—	
	<i>c</i>	12·65	22·35	9·20	72·7	—	
	<i>d</i>	7·46	13·16	5·41	72·6	—	
4	KCl		K ₂ PtCl ₆	KCl	—	100·0	
	<i>a</i>	24·15	78·77	24·15	100·0	—	
	<i>b</i>	14·61	47·55	14·58	99·8	—	
	<i>c</i>	16·27 + Na Cl	53·05	16·28	100·1	—	

¹⁷ Die angegebenen Zahlen bedeuten Teilstriche der Mikrowaage von DONAU (l. c.). Ein Teilstrich hat den Wert von 0·112 mg. Mit Hilfe des Okularmikrometers des Ablesemikroskops lassen sich Zwanzigstelteilstriche noch ablesen, halbe davon sicher schätzen. Die Angaben sind daher annähernd auf $\frac{0\cdot112}{40} = 0\cdot0028 \text{ mg}$ oder 2·3 γ richtig.

¹⁸ Von Teilstrichen der Mikrowaage (s. oben) auf mg umgerechnet.

platinchlorids fielen die Resultate genau aus. Näheres darüber wird der Verfasser nach Vervollständigung seiner diesbezüglichen Versuche mitteilen.

Zurzeit wird auf Grund der gesammelten Erfahrungen ein Mikroverfahren zur Durchführung von Aschenanalysen von Bakterien und Hefen ausgearbeitet, das einer späteren Mitteilung vorbehalten ist.
