544.83 FRI

Inhaltsverzeichnis.

	Seite
I. Die mikrochemische Waage	1
Beschreibung der Waage	1
Ermittlung des Gewichtes	2
Empfindlichkeit	4
Ermüdung, Tarawägung	5
Nullpunktslage	6
Durchführung der Wägung	7
Gebrauch der Kornzange	8
Schutz gegen mechanische Beschädigung	9
Richtige Wägung, Schätzung der Tausendstel	9
Ablesen und Rechnen	10
Verwendung der Gewichte	11
Aufstellung und Behandlung der Waage	12
Wägezimmer, Wägetisch	12
Aufstellen der Waage	13
Instandhaltung der Waage	15
II. Die quantitative Bestimmung des Kohlenstoffes und Wasserstoffes	16
Die Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung nach F. Pregl	17
Vereinfachte Apparatur zur Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung nach A. Friedrich	20
Die Apparatur	21
Der Gasregulator	22
Katalysatorröhrchen	25
U-Rohr	26
Das Verbrennungsrohr	27
Die Hohlgranate	28
Bewegliche Rohrfüllung	29
Die Absorptionsapparate	30
Füllung der Absorptionsapparate	32
Behandlung und Reinigung der Absorptionsapparate	33
Wägung der Absorptionsapparate	35
Verbindungsschläuche	36
Bleidioxyd, Natronkalk, Chlorcalcium	37
Ascarite und Phosphorpentoxyd als Absorptionsmittel	39
Gebrauch der Mariotteschen Flasche	39

Seite

Die Einwaage der Substanz 39
Feste Korper und hochsiedende Flüssigkeiten 39
Flussigkeiten 41
Tiefsiedende Flussigkeiten 42

Die Durchfiihrung der Bestimmung 43
Vorbereitung der Apparatur 43
Reinigung des Bleidioxydes 43
Vorbereitung zur Verbrennung 44
Die Verbrennung 45
Verbrennung von Fliissigkeiten 47
Berechnung 48
Abschluß der Verbrennungen 48
Der Blindversuch 48

Ermittlung von Fehlerquellen 48
Organische Verunreinigungen des Sauerstoffes 49
Fehler durch Absorptionsmitteln 50

Kurzer Überblick uber die Ausfiihrung der Bestimmung 51
Verzeichnis d Apparate und Gebrauchsgegenstände für die vereinfachte Mikro-Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung ... 52
Erfahrungen aus der Praxis 52

Maßanalytische Bestimmung des Kohlenstoffes und Wasserstoffes nach J. Lindner 53

Kohlenstoffbestimmung durch nasse Verbrennung .. 54

III. Die quantitative Bestimmung des Stickstolles (Mikro-Dumas) nach F. Pregl 55

Die Apparatur 55
Der Kippsche Apparat 55
Fiillung 55
Entlüftung 57
Mikroblasen 58
Kippscher Apparat mit Luftabschluß 59

Das Verbrennungsrohr 61
Fixe Fullung 62
Vorbehandlung 62
Bewegliche Fiillung 63
Bemerkungen zur Rohrfiillung 63
Das Verbindungsstiick 64

Das Mikro-Azotometer 64
Bescliickung 65
50%ige Lauge 65
Verbindungsschlauch 66
Weitere Geräte zur Mikro-Dumasbestimmung 66

Die Durchführung der Bestimmung 66
Substanzeinwaage 66
Vorbereitung der Apparatur 67
Einfüllen der Substanz 67

Seite
Aufbau der Apparatur ... 68
Ausspülen des Rohres ... 69
Die Verbrennung ... 69
Ausspülen des Rohres ... 71
Abschluß der Bestimmung ... 71
Ablesung ... 72
Berechnung ... 72
Erfahrungen aus der Praxis ... 74

IV. Mikro-Stickstoffbestimmung, Prinzip Kjeldahl, nach F. Pregl 75

Erforderliche Reagentien ... 76
Zerstörung der organischen Substanz ... 76
Einwaage ... 76
Zersetzung ... 77
Die Destillationsapparatur ... 78
Überprüfung der Apparatur ... 80
Die Destillation ... 81
Erfahrungen aus der Praxis ... 82

V. Die quantitative Bestimmung der Halogene ... 84

Halogenbestimmung nach der Mikromodifikation der Methode von Carius ... 85

Durchführung der Bestimmung ... 85
Mikro-Bombenrohre ... 85
Einwaage ... 85
Beschickung und Erhitzen des Bombenrohres ... 86
Öffnen und Entleeren der Bombe ... 87

Filtration von Halogensilberniederschlägen ... 89

Filterröhrchen ... 89
Filtration ... 90

Verbrennungsanalyse im Perlenrohr nach F. Pregl ... 91

Das Perlenrohr ... 91
Reinigung ... 92
Beschickung ... 92
Ausspülen ... 92
Die Apparatur ... 93

Die Bestimmung der Halogene im Perlenrohr nach F. Pregl ... 94

Fällung des Halogensilbers ... 95
Erforderliche Reagentien ... 96

Maßanalytische Bestimmung von Chlor und Brom nach M. K. Zacherl und H. G. Krainick ... 97

Die Apparatur ... 98
Erforderliche Reagentien ... 99
Die Ausführung der Bestimmung ... 100
Abschluß der Bestimmung ... 100
Erfahrungen aus der Praxis ... 101

Maßanalytische Bestimmung von Jod nach Th. Leipert ... 102

Ausführung der Bestimmung ... 102

Seife

Quantitative Bestimmung von Chlor neben Brom. Methode von L. Moser 104

VI. Die quantitative Bestimmung des Schwefels 104

Die Filtration von Bariumsulfatniederschllgen 105
Mikro-Filtertiegel 105
Gluhen und Wägen 105
Filtration 106
Automatische Filtration 107

Schwefelbestimmung nach der Mikro-Cariusmethode 108

Durchführung 109
Berechnung 109

Gleichzeitige Bestimmung von Schwefel und Halogen 109

Schwefelbestirnmung im Perlenrohr nach F. Pregl .. 110

Maßanalytische Bestimmung des Schwefels 111

Methode nach F. Pregl fur stickstoff- und halogenfreie Substanzen 111

Methode von A. Friedrich und O. Watzlaweck fiir Substanzen, die gleichzeitig Stickstoff, Chlor oder Brom enthalten 111

Die Durchführung der Bestimmung 112
Die Titration 112
Neutralisation 112
Bisulfattitration 113
Kontrolltitration 113
Anwendung 113
Ausführung 113
Berechnung der Analyse 114

VII. Die quantitative Bestimmung des Phosphors, Methode von H. Lieb 114

Gravimetrische Methode 115

Erforderliche Reagentien 115
Zerstörung der Substanz 115
Soda-Salpeterschmelze 115
Nasse Verbrennung 116
Fällung der Phosphorsaure 116

Filtration des Ammoniumphosphormolybdatniederschlages 117

Berechnung 118

Maßanalytische Bestimmung des Phosphors 118

Berechnung 119
Erfahrungen aus der Praxis 119

Methode von Gustav Embden 119

Seite

VIII. Die quantitative Bestimmung von Arsen. Methode von H. Lieb 120

Oxydation im Bombenrohr, nasse Verbrennung 120
Fällung mit Magnesiummixtur 121
Filtration, Glühen und Wägen 121

Maßanalytische Bestimmung nach O. Wintersteiner 122

IX. Bestimmung von Metallen in Salzen von F. Pregl 123

Behandlung der Tiegel 123
Veraschen der Substanz 123
Zufügen von Säure 123
Abrauchen mit Schwefelsäure 124
Die Mikromuffel 124
Allgemeine Richtlinien für die Durchführung der Rückstandbestimmung 125

X. Quantitative Mikro-Elektroanalyse nach F. Pregl 126

Die Apparatur 126
Stromquelle, Schaltung 127
Behandlung der Kathode 128

Bestimmung des Kupfers in schwefelsaurer Lösung nach F. Pregl 128
Zerstörung der Substanz 128
Durchführung der Elektrolyse 129

Bestimmung des Quecksilbers nach A. Verdino 130

Die Elektrode, Elektrolyse 130

XI. Die Mikro-Carboxylbestimmung von F. Pregl 131

Titration von Aminosäuren nach A. Graßmann und W. Heyde 132

XII. Mikroanalytische Bestimmung von Methoxyl- und Äthoxylgruppen 133

Gravimetrische Methode nach F. Pregl 133

Der Apparat 134
Die Zuleitungsapparatur 135
Erforderliche Reagentien 136
Jodwasserstoffsäure, Alkoholische Silbernitratlösung 136
Absorptionslösungen für die Waschvorrichtung 137
Substanzeinwaage 137

Durchführung der Bestimmung 138

Vorbereitung der Apparatur 138
Beschickung der Waschvorrichtung 139
Reinigung des Einleitungsröhrchens 139
Vorlage 139
Beschickung des Kölbchens 139
Verlauf der Bestimmung 140

Seite

Abschluß der Bestimmung 140
Erfahrungen aus der Praxis 141

Maßanalytische Bestimmung von Methoxyl- und Äthoxylgruppen 142

Methoxylbestimmungsmethode nach Kirpal und Bühn, Mikromodifikation nach H. Lieb 142

Methode von F. Vieböck und C. Brecher 142
Erforderliche Reagentien 143
Durchführung der Bestimmung 143
Serienbestimmungen 144

XIII. Die quantitative Bestimmung von **Methoxyl- neben Äthoxylgruppen** 145

Methode von W. Küster und W. Maag 145

Methode von A. Friedrich 147

Anwendungsbereich 147
Alkoxylsauerstoffbestimmung 148
Alkoxylkohlenstoffbestimmung 148
Die Apparatur 148
Ausführung der Bestimmung 149
Erfahrungen aus der Praxis 150

XIV. Die quantitative Bestimmung des Alkyles am Stickstoff (Methylimidbestimmung). Modifizierte Methode nach F. Pregl, S. Edelbacher, A. Friedrich. F. Vieböck. 151

Der Apparat 152
Über den Verlauf der Bestimmung 154
Die Durchführung der Bestimmung 157

Bestimmung von Methoxyl neben Methylimid 160

XV. Quantitative Bestimmung der Azetylgruppe 160

Mikroazetylbestimmung nach K. Freudenberg und E. Weber 161

Methode von F. Pregl und A. Soltys 161

Methode von A. Friedrich und S. Rapoport 162

Die Apparatur 163
Reaktionsgefäß 163
Kühler 164
Vorlage 165
Ausführung der Bestimmung 165
Vorbereitung zur Analyse 165
Einwaage 166
Zusammenstellung der Apparatur 166
Die Verseifung 167
Erste Destillation 167
Zweite Destillation 67
Abschluß der Bestimmung 168

Seite
Die Titrationen ... 169
Bemerkungen zur Methode ... 170

XVI. Bestimmung von aktivem Wasserstoff nach Tschugaeff und Zerewittinof ... 171

Mikromethode für Hydroxylgruppen nach B. Flaschenträger ... 171

XVII. Mikro-Maßanalyse ... 173

Büretten ... 173
Behandlung der Büretten ... 174
Normallösungen ... 175
Herstellung der Normallösungen (Näherungsverfahren) ... 175
Normalität der Lösungen ... 176
Lauge ... 177
Säuren ... 178
Kaliumpermanganatlösung ... 179
Jodlösung ... 179
Natriumthiosulfatlösung ... 179
Kaliumjodid und Kaliumjodatlösungen ... 181
Indikatoren ... 181
Titrationen ... 181

XVIII. Mikro-Molekulargewichtsbestimmung ... 182

Kryoskopische Methode nach K. Rast ... 182
Lösungsmitteln nach J. Pirsch ... 183
Durchführung der Bestimmung nach E. Rast ... 183
Verfahren nach F. Pregl ... 184
Bestimmung von Flüssigkeiten ... 185

Molekulargewichtbestimmung nach der osmotischen Methode von Barger ... 187
Durchführung der Bestimmung ... 188
Vergleichlösungen ... 188
Einwaage der Substanz ... 189
Füllung der Kapillaren ... 190
Befestigung der Kapillaren ... 190
Ablesung ... 190

Modifikation nach K. Rast ... 191

Durchführung der Bestimmung ... 191
Füllen der Kapillaren ... 191

Weitere Modifikationen der Methode von Barger 193

XIX. Anhang ... 194

Darstellung oder Regenerierung von Jodwasserstoffsäure ... 194
Geräte für die organische Mikroanalyse nach F. Pregl ... 195
Mikropastillenpresse ... 195
Der Mikro-Vakuumexsikkator ... 196
Der Trockenblock ... 197
Mikrobrenner ... 197
Langbrenner ... 198

Seite
Verbrennungsgestell, Drahtnetztunnel, Drahtnetzrollen 199
Die Mariottesche Flasche 199
Prazisionsquetschhahn 200
Experimentelle und praparative Mikromethoden 200
Nachtrag zur Mikro-Kjeldahlbestimmung 201
Nachtrag zur Methoxylbestimmung 205
Nachtrag zur Molekulargewichtsbestimmung (Rast) 205
Sachregister 205