

doch nur eine Wägung, wo man sonst viele zu machen hatte. Die Genauigkeit der einen Normalwägung, ist in jedem mit der so bereiteten Flüssigkeit gemachten Versuche wiederholt. Mit einem Litre Probesäure kann man mehrere hundert Analysen machen. Die Darstellung von zwei und mehr Litre Probeflüssigkeit erfordert aber nicht mehr Zeit und nicht mehr Wägungen als die von einem Litre. Man wägt also, wenn man Zeit und Musse hat, im Voraus, und gebraucht die Wägungen, wenn man arbeitet.

Die Entscheidung über die Vollendung einer Operation wird auf sichtbare Erscheinungen gestützt. Es ist entweder die Veränderung einer Farbe, wie bei der Alkalimetrie, das Entstehen eines Niederschlags, wie bei der Cyanbestimmung, das Aufhören der Bildung eines Niederschlags, wie bei der Silber- und Chlorbestimmung, das Eintreten einer Farbe, wie beim Chamäleon minerale, der Jodbestimmung und ähnliche. Diese Kriterien sind nicht alle gleich an Werth, und um so besser, je weniger sie eine Unsicherheit lassen und je stärker die Erscheinung bei einer kleinen Menge zugesetzter Flüssigkeit eintritt. Das Aufsuchen neuer brauchbarer Erscheinungen ist eine Aufgabe der mit diesen Arbeiten beschäftigten Chemiker.

Bei jeder Arbeit aber werden gewisse Werkzeuge gebraucht, mittelst derer man die titrirte Flüssigkeit in die zu untersuchende bringt. Da man hierbei immer eine Zersetzung bis an ihre Grenze führt, und nicht, wie in der gewöhnlichen Analyse, mit Ueberschüssen des Fällungsmittels arbeitet, so müssen diese Werkzeuge ein sehr bestimmtes tropfenweises Ausgießen gestatten. Die verschiedenen dazu benutzten Instrumente werden im folgenden Capitel behandelt werden.

Zweites Capitel.

Die Bürette.

Von den verschiedenen in Anwendung gebrachten Büretten scheint mir die von mir angegebene Quetschhahn-Bürette die meisten Vortheile zu vereinigen. Ein längeres Arbeiten mit diesem Instrumente und ein absichtliches öfteres Uebergehen zu anderen bekannten Formen hat diese Ansicht nur bestätigt. Es hat sich diese Bürette auch des Beifalls von Liebig, Wöhler und vielen anderen in diesen Arbeiten geübten Chemikern zu erfreuen gehabt. In Fig. 1 ist das untere Ende der Bürette mit der Klemmvorrichtung in natürlicher Grösse abgebildet, in Fig. 2 erscheint die ganze Vorrichtung in einer einfachen Aufstellung.

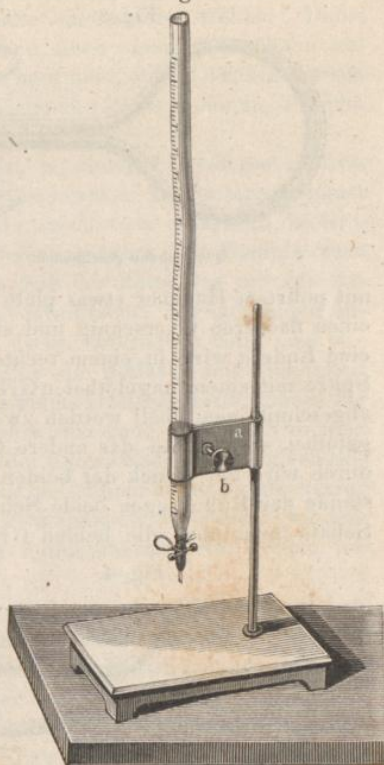
Auf einer Platte von Holz, oder noch besser aus Porzellan oder glasirtem Fayence, um die Farbenveränderungen gegen die weisse Unterlage besser sehen zu können, steht eine eiserne polirte Stange, von unten mit einer Mutter angeschraubt, welche die Bürette trägt. An das

Fig. 1.

Unteres Ende von Mohr's Quetschhahnbürette
in natürlicher Grösse.

obere Ende der Stange ist die federnde Messingplatte *a* angelöthet oder durch eine Stellschraube befestigt. Diese Platte ragt mit zwei hart geschlagenen elastischen Schenkeln über die Mitte des kleinen Tisches und hat an ihrem vorderen Ende eine cylinderförmige, klaffende Erweiterung. Eine messingene Stellschraube *b* zieht diese beiden Schenkel so zusammen, dass die Glasröhre in jeder Lage schweben bleibt und sich nach der Höhe des untergesetzten Gefässes höher und niedriger stellen lässt. In dieser höchst

Fig. 2.



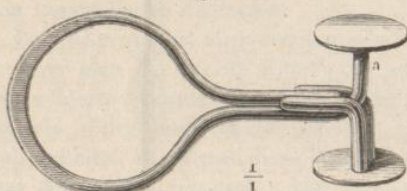
Mohr's Quetschhahnbürette.

I *

einfachen Vorrichtung hat die Bürette ihren Stand. Die auf die Röhre selbst angebrachte Theilung in ganze, halbe, fünftel oder zehntel Cubikcentimeter, welche im Verlauf mit CC. bezeichnet werden sollen, wird an die vordere Seite des Gestelles gerichtet, wo sie zwischen der Spalte der Messingschenkel *a* hindurchgeht und auf ihrer ganzen Höhe sichtbar ist. An das untere etwas ausgezogene Ende der Bürette ist eine vulcanisirte Kautschukröhre fest angebunden, und in ihr unteres Ende ein kleines ausgezogenes Glasröhrchen fest eingesteckt. Der mittlere Theil dieser kleinen, etwa 25^{mm} langen Kautschukröhre wird mit dem Quetschhahn geschlossen.

Diese kleine Vorrichtung ist in der vorgebrachten Gestalt wesentlich neu. Sie hat sich durch längeren Gebrauch als vollkommen zuverlässig, niemals versagend herausgestellt. Sie wetteifert mit dem besten gläsernen Hahn in wasser- und luftdichtem Schluss, und kostet etwa nur den zwanzigsten Theil davon. Der Quetschhahn wird aus hart gezogenem runden Messingdraht dargestellt. Der dazu angewendete Draht ist $2\frac{1}{2}$ bis 3 Millimeter dick.

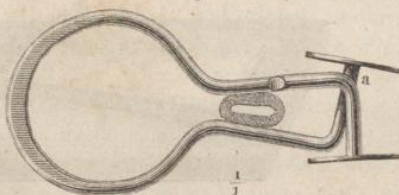
Fig. 3.



Quetschhahn geschlossen.

mit polirtem Hammer etwas platt geschlagen, um ihm in dieser Richtung einen flacheren Querschnitt und eine grössere Elasticität zu geben. Das eine Ende *a* wird in einem rechten Winkel umgebogen und an seiner Spitze mit einem angelötheten Griffplättchen versehen. Auf den anderen abgeschnittenen Theil werden zwei kleine Winkel desselben Drahtes aufgelöthet, welche auf das andere Griffplättchen gelöthet werden. Hierdurch wird der Druck der beiden Drahtschenkel ganz central. Im Zustande der Ruhe liegen beide Schenkel dicht auf einander, wie in Fig. 3. Sobald man aber die beiden Griffplättchen drückt, so öffnen sich die

Fig. 4.



Quetschhahn geöffnet.

Es wird zunächst der Draht, der in Fig. 3 in natürlicher Grösse dargestellt ist, in einen 20 — 22 Millimeter weiten Kreis zusammengebogen, und die Enden in der Richtung des Halbmessers neben einander fortgeführt. Dieser Bogen wird auf einem glatten Amboss

Schenkel, und die dazwischen geklemmte Kautschukröhre gestattet Durchfluss.

In Fig. 4 ist der Quetschhahn im Augenblick der Wirkung mit der dazwischen liegenden geöffneten elastischen Röhre im Durchschnitt dargestellt. Lässt man den

Griff nach, so schliesst er sich durch seine Elasticität von selbst, und man hat niemals zu befürchten, dass die Röhre, wenn man sie nicht gebraucht, auch nur einen Tropfen Flüssigkeit ausrinnen lasse. Dies ist ein wesentlicher Vorzug gegen den gläsernen Hahn, welcher halbverschlossen zurückbleiben, oder mit aus dem Lager gehobener Lilie (Kern des Hahnes) undicht einsitzen kann. Ich habe niemals einen einzigen Tropfen aus einem Quetschhahn nachrinnen gesehen. Die gläsernen Hähne zeigten mir immer entweder ein beständiges Rinnen, oder ein Effloresciren der Salze um den ganzen Hahn. Ich hatte sehr gute Hähne mit dichtem Schlusse zum Gebrauche. Blieben sie aber mit einer daraufstehenden Säule einer Lösung eines krystallisirbaren Körpers, wie Kleesäure oder Aetznatron bei Kohlensäure-Aufnahme, längere Zeit stehen, so krystallisirte das Salz in den ringförmigen Räumen, womit sich Wand und Kern des Hahns berühren. Es hob sich dann der Kern etwas aus seinem Lager und nun fing der Hahn wirklich an zu tropfen. Ich musste deshalb immer die Röhren in den Zwischenräumen des Gebrauchs ausleeren. Bei der Röhre mit Quetschhahn lasse ich meistens die gefüllten Apparate von einem Gebrauche zum anderen stehen. Dabei krystallisirt nur der in dem Glasröhrchen unter dem Quetschhahn befindliche Theil der Flüssigkeit. Indem man aber einmal kräftig fließen lässt, entfernt man vor einem neuen Versuche diese wenigen Tropfen einer stärkeren Flüssigkeit.

Die Quetschhahnbürette kann, statt in einem besonderen Stative, auch in jedem Retortenhalter, deren in chemischen Laboratorien immer vorhanden sind, aufgestellt werden. Man richtet sie senkrecht, die Graduierung der Röhre vorn gegen die Person gekehrt, die Griffplättchen rechter Hand stehend, in solcher Höhe, dass der Rand des untergesetzten Glases beim Wegziehen nicht mehr daranstreift, dagegen einen anhängenden Tropfen mitnehmen muss. Beim Gebrauche füllt man die Bürette, in ihrem Stative sitzend, bis über die 0-Marke mit Flüssigkeit an, öffnet dann den Quetschhahn durch einen kräftigen Griff, damit alle Luft herausgetrieben werde und die Röhre sich ganz anfülle. Nun lässt man langsam die Flüssigkeit sinken, bis der untere Rand des concaven Bogens genau den Nullstrich berührt. Die Quetschhahnbürette kann ausser zum übermangansaurigen Kali zu allen Flüssigkeiten verwendet werden.

Zu den Vorzügen der stehenden Quetschhahnbürette rechne ich nun die folgenden:

1) Sie lässt sich leicht bis an die 0-Marke anfüllen, indem man diese Stelle dem Auge gerade gegenüber beobachtet und nun leise den Hahn drückt. Wenn der tiefste Theil des Flüssigkeitsspiegels den Nullstrich eben erreicht, tangirt, so lässt man den Griff los. Die Flüssigkeit bleibt dann tagelang unverändert stehen. Das erste Anfüllen macht bei Giessbüretten dadurch eine Schwierigkeit, weil man im Augenblick des Giessens nicht beobachten kann. Man muss also mehrere Versuche machen, oder die Bürette stehend mit einer Pipette füllen.

2) Man kann jede kleinste Menge, halbe und viertel Tropfen herauslassen, ganz nach dem Bedürfniss der Erscheinung. Bei der Giessbürette fließen immer ganze und ziemlich grosse Tropfen. Da man damit unter einem Tropfen nicht zugeben kann, so ist eine Eintheilung in zehntel CC. ganz unnütz. Durch Abstreichen kann man aus unserer Bürette sehr kleine Mengen von Flüssigkeit wegnehmen.

3) Die Flüssigkeit wird nicht durch die Hände erwärmt, weil man die Röhre nicht anfasst.

4) Bei einer Wiederholung des Versuches kann man gleich bis nahe an die Grenze des ersten Versuches gehen und nun die letzten Tropfen mit ungetheilter Aufmerksamkeit zugeben. Im letzten Augenblicke kann man den Versuch ganz allein im Auge behalten, und hat nicht darauf zu achten, dass die Bürette zurücklaufe oder einen Tropfen nebenbei verschütte.

5) Das Ausfliessenlassen eines Tropfens ist in allen Höhen der Füllung gleich leicht und sicher. Bei der Handbürette ist aber das Anfliessenlassen der Flüssigkeit sehr schwer, wenn sie unter die Hälfte geleert ist. Während man die Oeffnung der Röhre beachtet, dass nicht zu viele Tropfen kommen, verliert man den Versuch aus den Augen, und bleibt nicht selten darüber unsicher, was der letzte Tropfen gewirkt hat.

6) Die neue Bürette ist fast unzerbrechlich, da sie immer in ihrem Stativ steht. Die Handbüretten, welche nicht allein frei stehen können, werden in leere Gläser, in Fensterecken, an Bücher angelehnt, wodurch sie häufig einen frühzeitigen Untergang finden.

7) Die Quetschhahnbürette kann in Höhen angewendet werden, welche eine Führung in der Hand nicht mehr gestatten. Dadurch kann mancher Versuch in einem Zuge vollendet werden, der sonst ein mehrmaliges Füllen der Bürette verlangt.

8) Sie ist nach Beendigung des Versuches gleich zum Ablesen bereit. Die Handbürette muss erst aufgerichtet und ablaufen gelassen werden, bis sie ihr Niveau nicht mehr verändert. Dies dauert aber bei fast leerer Bürette ziemlich lange.

Alle diese Eigenschaften geben der Quetschhahnbürette einen entschiedenen Vorzug in der Schnelligkeit und Sicherheit des Arbeitens. Die Schliessvorrichtung ist dieselbe bei den kleinsten, engsten und weitesten, längsten Röhren. Ich habe diese Instrumente in den verschiedensten Dimensionen ausgeführt und alle gleich bequem gefunden. Der Unterschied der Anwendung lag nur in der Menge von Flüssigkeit, welche ich gebrauchte, weshalb bei kleineren Mengen dünnere, feiner getheilte Röhren, bei grösseren dickere und weiter getheilte Röhren verwendet wurden.

Ich will nur einige Beispiele anführen:

- 1) 680^{mm} lang, 14^{mm} innerer Durchmesser, hält 104 CC. in Fünftel getheilt.
1 CC. ist 6,5^{mm} lang. Bequem zu grösseren alkalimetrischen Versuchen

- 2) 500^{mm} lang, 12^{mm} innerer Durchmesser, hält 55 CC. in Zehntel getheilt, 1 CC. ist 8,84^{mm} lang. Zu allen sehr feinen Analysen von größerem Umfange.
- 3) 400^{mm} lang, 8,75^{mm} innerer Durchmesser, hält 19,5 CC. in Zehntel getheilt. 1 CC. ist 18,7^{mm} lang. Zu sehr minutiösen Analysen von kleinerem Umfange. Jedes Zehntel CC. hat eine Länge von 1,87, also beinahe 2^{mm}, und lässt sich noch leicht zur Hälfte ablesen.
- 4) Normalbürette für die meisten Fälle 500^{mm} lang, 13,5^{mm} innerer Durchmesser, hält 60 CC. in Fünftel getheilt. 1 CC. ist 7^{mm} lang.

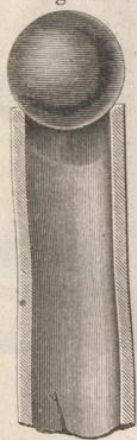
Bei mehrfachen Beschäftigungen mit diesen Arbeiten wird man finden, dass es sehr bequem ist, für besondere Flüssigkeiten auch eigene Büretten ausschliesslich anwenden zu können. Man erspart die Mühe des öfteren Reinigens. Insbesondere soll man wenigstens 2 Normalbüretten von den Dimensionen der Nro. 4 besitzen, und dann noch eine ganz fein getheilte von Nro. 3.

Um das Auswittern der Salze an der Kautschukröhre zu verhindern, erwärme ich das Ende der Röhre und bestreiche es mit Talg, welcher alsbald schmilzt. Ich schiebe nun die Kautschukröhre darüber und binde sie mit Leinenzwirn sogleich fest, dann erwärme ich sie noch einmal von aussen, bis zum Schmelzen des Talges, und lasse erkalten. Wenn die Bürette von einem Versuche zum anderen mit Probenflüssigkeit gefüllt stehen bleiben soll, so muss man sie von oben verschliessen, um Verdunstung zu verhüten. Dazu kann man natürlich jeden guten Kork gebrauchen. Da jedoch die Korke nicht auf verschiedene Röhren passen und wegen ihrer Capillarität nicht verwechselt werden dürfen, dieselben auch zum Aufsetzen und Abnehmen zweier Hände bedürfen, die eine, um die Röhre festzuhalten, so habe ich es für sehr bequem gefunden, die Büretten mit steinernen Kugeln, Klickern, deren sich die Kinder zum

Fig. 5.

Spiele bedienen, zu schliessen. Diese sind von vollkommener Kugelgestalt und passen auf Röhren von sehr verschiedenem Durchmesser. Damit sich aber die Kugel mit gutem Schlusse auf die Röhre auflege, muss diese einen sehr geraden glatten Rand haben. Ich habe an meine Büretten auf einem auf der Drehbank laufenden Kegel von Blei eine schräge Facette angeschliffen, wie dies Fig. 5 zu ersehen ist. Diese Kugeln schliessen auf facetirte Röhren sehr gut, sind leicht abzuheben, saugen keine Flüssigkeit ein und können beliebig gewechselt werden.

Wenn man sich viel mit Maassanalysen beschäftigt, so ist das Wechseln der Büretten, um von einer Arbeit auf eine andere überzugehen, eine mühsame Operation, die das Ausschwenken der Bürette, wenn sie nicht trocken ist, mit der neuen Flüssigkeit nothwendig macht. Man kommt dadurch von selbst zur Anwendung mehrerer

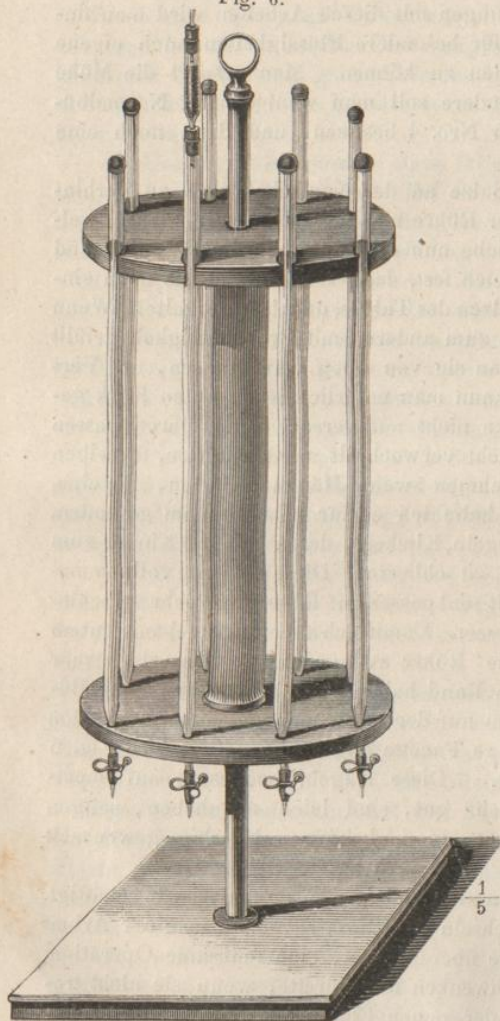


Schluss der Röhre
mit Steinkugel.

Büretten, die immer für eine Flüssigkeit bestimmt bleiben. Das Aufstellen so vieler Stativ's ist dann aber hinderlich und raubt nutzlos einen brauchbaren Raum. Ich habe deshalb eine Anzahl von Büretten in einem Stativ vereinigt, worin sie sich sämmtlich um eine Achse drehen lassen.

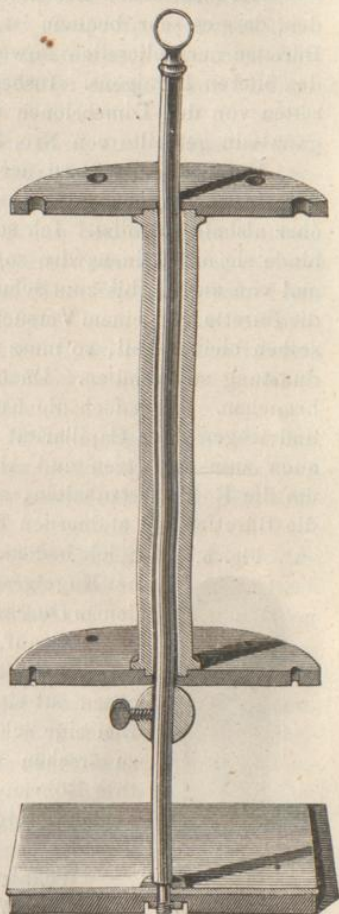
Eine solche Etageren ist in Fig. 6 abgebildet. Auf einem starken Brette von Nussbaumholz, 290—300^{mm} ins Gevierte, welches sehr zweckmässig mit Porzellan belegt ist, wird in der Mitte eine starke runde

Fig. 6.



Büretten-Etagere.

Fig. 7.



Dieselbe im senkrechten Schnitt.

eiserne oder messingene Stange solid befestigt, nämlich mit angedrehtem Ansatz, Unterlagscheibe und von unten mit einer Schraubenmutter angezogen.

Auf dieser Stange gleitet eine Vorrichtung, welche aus zwei horizontalen kreisrunden hölzernen Scheiben, die durch ein hölzernes Rohr verbunden sind, besteht. Das Rohr ist weiter durchbohrt, als die eiserne Stange ist, damit durch Werfen keine Klemmungen entstehen; nur die Endscheiben haben genau auf die Stange passende Oeffnungen, wodurch sich die Vorrichtung leicht, jedoch ohne zu schlottern, um den centralen Stand drehen lässt. Alle diese Details erhellen aus Fig. 7, sowie auch die bewegliche und durch eine Stellschraube arretirbare Kugel, welche das Gerüste höher und tiefer zu stellen erlaubt, je nach der Höhe der unterzustellenden Gefässe.

Die Büretten sind durch nahe an den Rand der beiden Scheiben gebohrte passende Löcher durchgesteckt und jene in der oberen Scheibe aufgesägt, um die Theilung der Röhre überall sehen zu können. Der freie Raum der beiden Scheiben wird zum Daraufliegen nöthiger Kleinigkeiten, eines Trichters zum Eingiessen (oben), eines Stückchens Talg, Ablesepapiers, Bleistifts und dergl. benutzt. Stellt man dies Gestell an den Rand des Arbeitstisches, so kann man, ohne seinen Platz zu wechseln, alle Büretten zur Anwendung bringen, indem man die Scheiben so lange dreht, bis die rechte Bürette vorn steht. Da man zu den meisten Arbeiten zwei Flüssigkeiten, also auch zwei Büretten gebraucht, wie z. B. Klee säure und Aetznatron, Zinnchlorür und chromsaures Kali, arsenigsaures Natron und Jodlösung, so bringt man die zusammengehörenden Flüssigkeiten in zwei neben einander stehende Büretten. In jedem Falle muss man aber die Büretten durch angesteckte Etiquetten genau bezeichnen, ohne welches eine heillose Verwirrung entstehen kann.

Beim Gebrauche beginnt man damit die Büretten bis an die 0-Marke zu füllen. Dies geschieht, indem man sie bis über die Marke anfüllt und bis 0 ablaufen lässt, weil nur auf diese Weise die Oberfläche der Flüssigkeit dieselbe Gestalt annimmt, die sie nach Beendigung der Arbeit hat. Das Ablesen findet dann unter ganz gleichen Verhältnissen Statt. Die zuviel eingelassene Flüssigkeit lässt man in die Flasche zurücklaufen, wobei man diese in der linken Hand seitlich am Tische gegen die Ausflussöffnung neigt, und mit der rechten Hand den Quetschhahn etwas nach vorn herüberführt. Das Auge ist der Theilung gegenüber, während die Hände unbeobachtet bleiben. Sobald der Flüssigkeitsmeniscus den 0-Punkt erreicht hat, setzt man sich an den Tisch und beginnt die Arbeit. Ist die erste Flüssigkeit abgemacht, so führt man das Gestell herum, bis die andere Bürette ankommt, und vollendet die Arbeit.

Es soll eine Regel sein, Alles sogleich aufzuschreiben, und zwar mit so vielen Worten, als nachher zum Verständniss der Operation nöthig ist, zu wissen. Will man die Bürette nicht frisch füllen, so muss man

ihren Stand genau notiren, wobei es zweckmässig ist, sie auf den nächsten ganzen Cubikcentimeter ablaufen zu lassen. Man notirt also beispielsweise: Normalkleesäure steht 22 CC.

Beim Eingiessen der Probeflüssigkeiten ist es wichtig, keine Blasen und Schaum zu veranlassen, was namentlich, bei alkalischen Flüssigkeiten und Chamäleon leicht geschieht. Man vermeidet dies, indem man an kleinen selbstgeblasenen Trichtern die untere Ausflussöffnung seitlich biegt, wodurch die Flüssigkeit an der Röhre hinabrinnt und ohne Blasen ankommt.

Ich habe nun noch Einiges über das Ablesen zu sagen. Dasselbe geschieht immer unter denselben Verhältnissen, d. h. bei dem ersten Einstellen auf 0 und bei dem Ablesen nach dem Versuche in ganz gleicher Weise. Bekanntlich steigt die Flüssigkeit in Gefässen, deren Wände davon benetzt werden, durch Anziehung an diese Wände seitlich in die Höhe. Da nun die hier anzuwendenden Röhren immer enge sind, so erstreckt sich der Einfluss dieser Anziehung über die ganze Oberfläche der Flüssigkeit, und kein Theil derselben stellt eine gerade Ebene vor, sondern die ganze Fläche bildet eine nach unten gebogene concave Fläche. Von dieser Fläche kann man nur mit Bestimmtheit den untersten Punkt messen. Es spiegelt sich aber die obere Fläche je nach der Natur der umgebenden Gegenstände und des einfallenden Lichtes sehr mannigfaltig, so dass man sich in jedem Zimmer eine Stellung des Apparates und seiner Person aussuchen muss, in welcher das Ablesen mit der grössten Schärfe geschieht. Es werden deshalb auch Abbildungen der Erscheinung nicht an jedem Orte richtig erscheinen.

Betrachtet man eine mit Wasser zum Theil gefüllte, äusserlich etwa 17^{mm} weite Glasröhre an der Stelle, wo das Wasser endigt, so erscheint sie etwa wie Fig. 8. Es erscheinen zwei concave Linien, welche durch Sehnen oben geschlossen sind. Alles ist ziemlich trüb und undeutlich. Betrachtet man dieselbe Röhre gegen eine hell beleuchtete Wand, so erscheint sie wie in Fig. 9. Die beiden concaven Linien schliessen einen

Fig. 8.



Ablesen gegen Dunkel.

Fig. 9.



Ablesen gegen Hell.

Fig. 10.



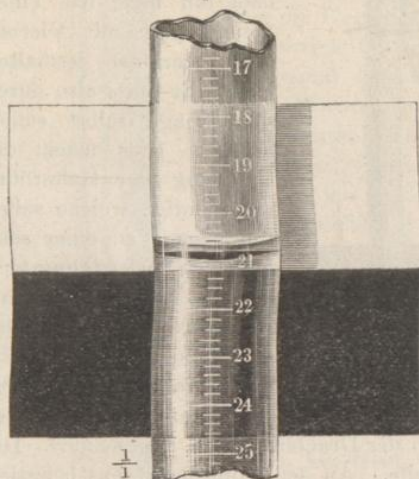
Ablesen gegen nahes Papier.

dunklen Raum ein, der oben mit einer lichten Sehne gedeckt ist. Die dunklen Objecte hinter dem Glase spiegeln sich in dem leeren Theile der Röhre auf dem entgegengesetzten Theile besser als in dem mit Wasser gefüllten. Der tiefste Punkt des Spiegels erscheint dunkel gegen hell; da man aber nicht überall eine hell beleuchtete Wand vor sich haben kann, so ist es zweckmässig, sich davon unabhängig zu machen. Hält man ein weisses Blatt Papier in guter Beleuchtung hinter eine halbgefüllte Glasröhre, so erscheint sie wie in Fig. 10. Die mit der Sehne gedeckten Bogen erscheinen weiss, und das Band dazwischen dunkel.

Klebt man dagegen ein Stück schwarzes Glanzpapier auf ein anderes Stück recht weisses Zeichenpapier, und führt die Berührungsgrenze von Schwarz und Weiss, das Schwarze unten, bis gegen 2 oder 3^{mm} Entfernung von dem untersten Punkte der Oberfläche, so spiegelt sich diese Oberfläche kohlschwarz gegen den weissen Hintergrund und man hat das schärfste Ablesen (Fig. 11). Hält man das

schwarze Papier oben, und die Grenze an dieselbe Stelle, so erscheint die Oberfläche weiss gegen den schwarzen Hintergrund. Die erste Ablesungsart ist jedoch bequemer und schärfer. Man hält sich einige so zubereitete Papierblätter zur Hand, um immer damit abzulesen, oder man streift das Papier mit zwei Scheerenschnitten über die Röhre, wo es in jeder Lage stehen bleibt. Die dadurch erlangte Schärfe lässt nichts zu wünschen übrig. Sie geht weiter als die Erkennung der Reaction, und leistet deshalb Alles, was man von der Methode verlangen kann.

Fig. 11.



Ablesen mit Reflex.

Das hier vom Ablesen Gesagte gilt von allen Arten Büretten und Pipetten.

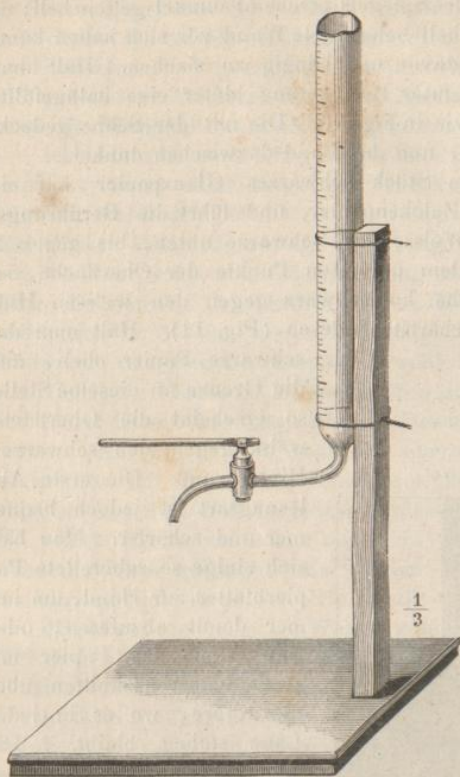
Es sind nun noch der Vollständigkeit wegen, und weil noch sehr viel damit gearbeitet wird, die anderen Arten von Büretten zu beschreiben.

Der Art nach schliesst sich zunächst an die eben beschriebene Bürette die Hahnbürette an, Fig. 12 (a. f. S.).

Sie besteht aus einem graduirten Glasrohr, welches unten verengt ist und woran nach Anleitung der Zeichnung ein gläserner Hahn, der

in einer dünneren Glasröhre sitzt, mit dieser angeschmolzen ist. Diese Hähne sind sehr schwer zu machen. Es muss die Hülse des Hahns aus

Fig. 12.



Bürette mit Glashahn.

einem Stücke einer Glasröhre bestehen, woran die beiden Röhren angeschmolzen sind. Die Löcher in der Hülse des Hahns werden erst nachher mit Stahl und Terpentinöl nachgebohrt. Die aus einer bloss gestauchten und dadurch angeschwellten Röhre gearbeiteten Hähne schliessen meistens sehr schlecht. Der Hahn muss senkrecht in seiner Hülse sitzen, da man ihn nicht wie einen Messinghahn mit Viereck und Schraube festhalten kann. Er muss also durch seine Lage selbst sicher halten. Dies macht die Kröpfung der Hahnröhre nothwendig, welche selbst nun wieder zu einer sehr einfachen Befestigung des Ganzen die Hand reicht. Die Röhre ist mit zwei ausgeglühten dünnen Rothkupferdrähten an eine hölzerne Stange, die auf einer

Tischplatte sitzt, durch Umdrehen der Drahtenden fest angeschnürt. Die Theilung ist auf der vorderen Seite. An den Kopf des Hahns befestige ich ein langes Stückchen Rohr (*Arundo*), womit ich ihm die kleinsten Bewegungen gebe. Mit dieser Vorrichtung erlaubt die Hahnbürette, auch die kleinsten Theile eines Tropfens wegzunehmen, sie schliesst auch nicht den Gebrauch des Chamäleons aus. Dagegen hat sie den Nachtheil, dass sie im Allgemeinen zu theuer ist, indem ein guter Hahn allein fast soviel wie eine ganze Quetschhahnbürette kostet. Ferner ist der Hahn viel zerbrechlicher und vor Allem niemals so dicht schliessend.

Man kann auch den Hahn mittelst eines Korkes in die unten weit gelassene Röhre befestigen, in welchem Falle ebenfalls Chamäleon ausgeschlossen ist.

Die bis jetzt besprochenen Büretten sind sogenannte Stehbüretten, oder Ausflussbüretten (*burettes à l'écoulement*) und leiten aus ihrer unver-

änderlichen Lage und aus dem Umstande, dass sie nicht durch Hände erwärmt werden, ihre wesentlichsten Vorzüge ab.

Gay-Lussac's Bürette.

Das verbreitetste Instrument, welches zu Titrioperationen gebraucht wurde und noch gebraucht wird, ist Gay-Lussac's Bürette, in der ursprünglichen, von ihrem berühmten Erfinder herrührenden Gestalt. Sie ist in Fig. 13 in ihrer halben natürlichen Grösse abgebildet. Sie be-

Fig. 13.



Gay-Lussac's Bürette.

steht aus einer weiteren graduirten Röhre und einer engeren am Boden damit vereinigten dünneren Ausgussröhre. Der Anfangspunkt der Zahlen liegt noch tiefer als die Ausgussöffnung der engen Röhre. Die Flüssigkeit stellt sich in dem engen Rohre immer höher als in dem weiten durch die Wirkung der Capillarität. Es wird darauf nicht geachtet, und nur im weiten Rohre abgelesen, weil in demselben Sinne die Graduirung gemacht ist. Oben schiebt man vorsichtig zwischen die enge und weite Röhre ein passend ausgeschnittenes Stückchen Korkholz, um die Wirkung des Druckes der Hand auf die mit einem langen Hebelarme wirkende engere Röhre aufzuheben. Zweckmässig thut man das auch in der Mitte, wo der Daumen die engere Röhre drückt, wenn sie nicht auf der ganzen Länge dicht anliegt, was auch häufig geschieht. Die Bürette wird bis an den Nullstrich mit der Probenflüssigkeit gefüllt, was die erste Schwierigkeit ist. Man hält die Bürette in der linken Hand, und giesst aus der in der rechten Hand gehaltenen Flasche hinein. Durch mehrmaliges Ausgiessen und Wiedereingiessen entfernt man das Zuviel und giebt das Zuwenig zu, bis das Einstehen stattfindet. Mit einer kleinen Hülfspipette kommt man schneller zum Ziele, hat aber noch ein zweites Gefäss beschmutzt. Vielleicht ist es das Kürzeste, die Flüssigkeit aus einer genügend weiten Pipette zu füllen. Da diese Büretten meist nur 22—25 CC. fassen, und auch nicht wohl mehr fassen können, wenn sie nicht zu dick werden und die Striche zu dicht kommen sollen, oder wenn sie nicht zu lang und dadurch unhandlich werden

sollen, so ist das mehrmalige Wiederholen des Vollfüllens bei derselben Operation eine Mühe, für welche man kein Aequivalent hat. Man fasst nun die strichvolle Bürette in die rechte Hand in der Mitte ihrer Länge und neigt sie gegen das Glas, worin die zu prüfende Substanz ist. Man

sieht nun bald die Flüssigkeit in dem engen Rohre wegen der Capillarität der engen Röhre höher steigen, den Gipfel der Ausgussröhre übersteigen und mit Beschleunigung in die Spitze eilen und ausfliessen. Die ersten Tropfen fallen meist rasch hinter einander. Indem man mit der linken Hand das Glas schwenkt, fährt man fort, mit der rechten Hand die Bürette zu neigen und Tropfen einfliessen zu lassen. Ein nicht zu vermeidender Uebelstand ist es, dass man die Flüssigkeit und die Bürette nicht gut zugleich beobachten kann. Während man die Flüssigkeit scharf beachtet, kann die Bürette zurückfliessen oder ein Tropfen verschüttet werden. Fliesst die Bürette zurück und man ist bereits nahe an die Grenze der Zersetzung vorgeschritten, so erfordert das Anlaufenlassen

Fig. 14.



Gay-Lussac's Bürette mit Fuss und Blasrohr.

die grösste Vorsicht und Uebung, dass nicht unvorgesehenerweise zwei oder drei Tropfen zugleich einlaufen, ehe man Zeit gehabt hat, die Wirkung zu beobachten. In diesem Stadium verunglücken Analysen oder lassen das Gefühl einer Unsicherheit zurück. Das Anlaufenlassen ist um so schwieriger, je weiter die Bürette bereits ausgeleert ist. Nicht selten geschieht es, dass in der Spitze der Giessröhre ein Tropfen sitzt, welcher das Ausfliessen ganz verhindert. Gewöhnlich sucht man ihn in die Röhre hineinzublasen, indem man die Bürette so hält, dass die Ausflussöffnung oben ist. Dabei gehen meistens Spritzen des Tropfens verloren.

Um diese Schwierigkeiten zu beseitigen und zugleich der Bürette, die sonst in Ecken und Glascylindern gefährlich steht, einen festen Stand zu geben, habe ich das obere Ende mit einer Blasröhre und das untere mit einem hölzernen Fuss versehen (Fig. 14). Es hat das Instrument dadurch bedeutend an Brauchbarkeit gewonnen.

Die in einem gebohrten Kork luftdicht stehende, leicht drehbare Blasröhre, welche mit der Ausgussröhre in Bezug auf die Achse des Instruments gewöhnlich einen rechten Winkel bildet, hat eine Länge von 250^{mm}. Man kann sie während des Versuchs bequem im Munde halten, und das Auslaufen der Tropfen reguliren, auch durch Blasen einen vollen

Strahl ausfliessen lassen. Durch schwaches Ansaugen bringt man den in der Ausflussspitze hängenden Tropfen, welcher die Beweglichkeit der Säule in der engen Röhre hindert, zurück in diese Röhre, wodurch die Mündung frei wird, und das Anlaufenlassen hat nicht mehr die geringste Schwierigkeit, selbst wenn die Bürette schon weit entleert ist. Nebenbei ist die in der Bürette befindliche Flüssigkeit gegen Verdunstung und Staub geschützt.

Einen wesentlichen Einfluss auf die Arbeit hat die Länge des frei herabgehenden Theiles der Giessröhre. Je kürzer derselbe ist, desto mehr muss man die ganze Röhre neigen, ehe man ihren Inhalt ausgeleert hat, desto grössere Gefahr ist vorhanden, dass man Flüssigkeit aus dem weiten Theile der Röhre verschütte. Je länger dieser Theil ist, desto weniger Gefahr des Verschüttens, allein mit desto grösserer Beschleunigung sinkt die Flüssigkeit beim Anlaufenlassen, indem dieser herabgehende Theil als Heber wirkt.

Wenn in Fig. 15 der Schnabel der Ausgussröhre nur bis a geht, so

Fig. 15.



Tiefe des Ausleerens.

wird sich bei der angenommenen Neigung die Hauptröhre bis a' entleeren; wenn dagegen der Schnabel die Länge bis b hat, so wird sich die Bürette bis b' ausleeren. Lässt man die Bürette anlaufen, so muss man sie viel horizontaler halten, ehe die Flüssigkeit über

den Bogen der Giessröhre hinübergeht; dann aber senkt sie sich um so rascher, je länger dieser Schenkel ist, und man muss die Bürette wieder bedeutend aufrichten. Um die Bürette in der ersten Voraussetzung ganz auszuleeren, müsste man sie neigen, wie in Fig. 16, in der zweiten Vor-

Fig. 16.



Fig. 17.



Neigung der Büretten beim Entleeren.

aussetzung wie in Fig. 17. Es ist aber entschieden ein Vorzug, wenn man weniger zu neigen hat, weil weniger Gefahr des Verschüttens vorhanden ist. Wollte man dies nicht so ängstlich vermeiden, so hätte man gar keine besondere Giessröhre nothwendig, sondern könnte sich einer einfachen Röhre bedienen, mit welcher jedoch Niemand arbeiten möchte.

Leicht herzustellende Modificationen der Gay-Lussac'schen Bürette mit äusserer Giessröhre sind in Fig. 18 und 19 (a. f. S.) abgebildet.

In Fig. 18 ist die Hauptröhre nur etwas ausgezogen und durch ein Kautschukrohr mit der Giessröhre verbunden. Beide Röhren sind durch weichen Kupferdraht aneinander geschnürt. In Fig. 19 ist die Verbindung durch einen in Wachs getränkten Kork bewerkstelligt.

Fig. 18.

Fig. 19.

Fig. 20.



Bürette mit Kautschuk.



Bürette mit Kork



Geissler's Bürette.

Die Zerbrechlichkeit der äusseren dünnen Giessröhre hat Geissler in Bonn veranlasst, diese Röhre in die weite hineinzulegen (Fig. 20).

Die Hauptröhre ist verengert und seitlich in einen Hals aufgebogen. An dem Buge zwischen Hals und Röhre geht die Giessröhre durch. Das äussere Stück ist stark von Glas, das in die Röhre hineingebrachte Stück ist sehr dünn von Glas, hat aber dasselbe Lumen wie das äussere Stück. Die Anfertigung dieser Röhren fordert eine sehr geschickte Hand. Die Enge der Giessröhre erlaubt, mit Leichtigkeit aus jeder Lage und bei jeder Füllung der Bürette tropfenweise anzugiessen, allein das Ausgiessen dauert dann etwas lange. Es wird vorgeschlagen, die Hauptmasse der Flüssigkeit aus dem schiefen Halse der Röhre auszugliessen und den Schluss der Arbeit mit Tröpfeln zu machen. Die Giessröhre geht bis nahe auf den Boden in das schief abgestutzte Ende der Bürette. Man kann sehr vollständig ausgiessen; da aber die Theilung nicht bis auf den Boden der Röhre gehen kann, so muss man früher

mit Ausgiessen aufhören, das Verbraachte notiren und frisch auf Null anfüllen.

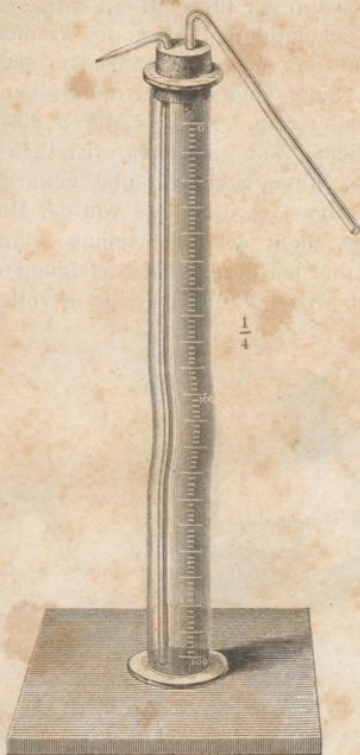
Eine noch einfachere Gestalt habe ich der Gay-Lussac'schen Bürette dadurch gegeben, dass ich die Giessröhre ganz getrennt davon lasse und nur eben hineinstelle.

Fig. 21. Die Bürette ist ein unten zugeblasenes möglichst calibrisches Glasrohr. Zur Giessröhre wähle ich ein ebenfalls möglichst calibrisches dünnes Glasrohr. Ich habe den äusseren Durchmesser der letzteren 4^{mm}, und den inneren 2,5^{mm} stark genommen. Diese Röhre wird, nachdem das

Fig. 21.

Einfache
Gay-Lussac'sche
Bürette.

Fig. 22.



Fussbürette.

Giessende beinahe unter einem rechten Winkel 30 bis 40^{mm} lang angebogen ist, so weit abgeschnitten, dass, wenn sie oben mit dem gebogenen Ende auf dem Rande der Haupt-röhre hängt, sie unten den Boden beinahe berührt. Man bezeichnet beide Röhren mit einem Diamante in gleicher Art, zum Zeichen, dass sie zusammen gehören. Auch kann man sich von demselben Stücke eine zweite Giessröhre zur Seite legen, für den Fall, dass eine verloren geht oder zerbrochen wird. Diese Bürette ist eine vollkommen Gay-Lussac'sche, weil sie ebenfalls den Ausfluss von unten hat. Sie wird ganz wie diese behandelt, gefüllt, geleert und abgelesen, und theilt auch ihre Mängel, nur dass sie weniger leicht

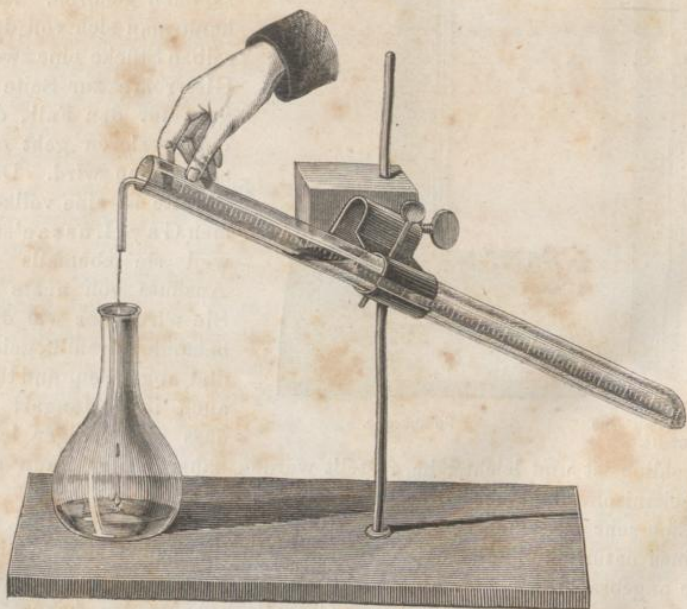
zerbrechlich ist und leichter hergestellt werden kann. Auch kann man sie mechanisch leicht überall reinigen.

Eine sehr zweckmässige Modification ist in Fig. 22 abgebildet. Sie hat einen natürlichen Glasfuss. Ausguss- und Blaseröhre sind in einem Kork angebracht, welcher aber nicht von der Flüssigkeit benetzt wird, weshalb man diese Form auch zu Chamäleon anwenden kann. Die

Cylinder mit Fuss sind jedoch wenig calibrisch, weshalb im Allgemeinen der Körper besser aus einer zugeschmolzenen Glasröhre gemacht und, wie in Fig. 14, mit einem hölzernen Fuss versehen wird.

Eine wesentliche Verbesserung erhalten alle diese Vorrichtungen, wenn man sie nicht in der Hand hält, sondern in einem Stative bewegt, welches sich um eine horizontale Achse drehen lässt. Man kann dazu die gewöhnlichen hölzernen Retortenhalter der Laboratorien anwenden. Die Bürette ist in der Mitte festgeklemmt und stört dadurch niemals das Gleichgewicht. Der Retortenhalter ist nur so stark angeschraubt, dass er sich leicht um seine Achse drehen lässt und dennoch in jeder Lage durch Reibung stehen bleibt. Wenn die Bürette gefüllt ist, kommt man ihr anfänglich mit dem Glase in der linken Hand entgegen, später stellt man das Glas auf die Tischplatte und lässt die Tropfen hineinfallen. Man bewegt die Bürette mit der rechten Hand, indem man sie an ihrem leeren Theile anfasst. Je sanfter und sicherer die Drehung des Statives ist, desto angenehmer arbeitet man. Es sind durch diese Vorrichtung mehrere Vortheile zu gleicher Zeit gewonnen. Erstlich fasst man die Röhre nicht mehr an der gefüllten Stelle an und erwärmt die Flüssigkeit nicht mehr. Sodann kann man die Hand von der Bürette abziehen und seine ganze Aufmerksamkeit der Erscheinung widmen, während diese immer gefüllt steht und bei der leisesten Neigung einzelne Tropfen giebt. Jede Operation wird mit einer Neigung vollendet, wodurch

Fig. 23.



Gießbürettenstativ

man nicht mehr anlatfen zu lassen hat. Man kann sich von der Bürette entfernen, kann inzwischen kochen, filtriren, absetzen lassen und den Versuch augenblicklich ohne Gefahr wieder aufnehmen. Die Capillarität des vordersten Tropfens bewirkt, dass man mit der Röhre einen kleinen Bogen durchlaufen kann, ohne dass ein Tropfen fällt, oder dass die Flüssigkeit zurückläuft. Diese Latitude der Bewegung macht die Arbeit sehr leicht. Man stellt beim Entfernen von der Bürette diese etwas hinauf; der Tropfen zieht sich dann concav in die Röhre, rinnt aber von der nassen Röhre noch nicht ab. Ich würde Allen, welche mit Giessbüretten arbeiten, rathen, sich dieser Vorrichtung vorzugsweise zu bedienen. Um nicht die Retortenhalter zu lange zu entbehren, habe ich eine besondere messingene Klammer dazu anfertigen lassen, welche in Fig. 23 (a. v. S.)

Fig. 24.



Bürettenklammer.

Fig. 26.



Englische Bürette.

Fig. 25.



Korkcharnier.

im Gebrauche, in Fig. 24 allein dargestellt ist. Auf einer senkrechten Metallstange bewegt sich ein parallelepipedisches Klötzchen und kann in jeder Höhe durch eine Schraube arretirt werden. Durch dieses Klötzchen geht ein runder Stift der messingenen Klammer entweder einfach mit Reibung hindurch, oder es kann eine Doppelmutter auf der Schraube dieses Stiftes bewegt und dadurch jede beliebige Neigung gegeben werden.

Noch einfacher kann die nöthige Reibung durch einen engdurchbohrten Kork (Fig. 25), der sich selbst auf der Stativstange, und durch den sich die runde Stange der Klammer gedräng bewegt, hervorgebracht werden.

In England hat man sich zu technischen Zwecken ziemlich weiter Büretten mit Fuss bedient, und die Flüssigkeiten direct von der Oberfläche und nicht vom Boden an abfließen gelassen. Diese Formen sind alle mehr oder minder yerunglückt und ganz unbrauchbar.

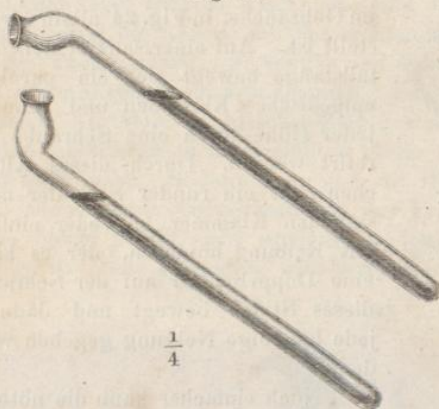
Von den fehlerhaften Formen will ich zunächst Fig. 26 erwähnen. Es ist gleichsam Fig. 20 ohne die auf den Boden gehende Röhre. Allein darin liegt auch die Unbrauchbarkeit dieser Bürette. Um ihren Inhalt ganz auszuleeren, muss man die Bürette in die horizontale Lage bringen. Noch lange vorher nimmt die Oberfläche der Flüssigkeit eine ungeheure Länge ein. Die kleinste Bewegung bringt Schwanken und Wellenschlag hervor und wirft viele Tropfen auf einmal in das Ausgussrohr. Die Verlängerung des Ausgussrohrs in Fig. 18 bis 20 hat gerade den

Zweck, dass bei bedeutender Entleerung der Bürette die Oberfläche der Flüssigkeit doch nur klein ist.

Aehnlich verhält es sich mit jener Form der Bürette, wo ein auf seinem Fuss stehender Cylinder mit einem Glaspfropfen geschlossen ist, in welchen auf entgegengesetzten Seiten zwei Längsrinnen eingeschliffen sind, die eine um Luft herein, die andere um Flüssigkeit herauszulassen. Man muss ebenfalls horizontal halten, wenn man ausleeren will. Je leerer die Bürette, desto schwerer ist es, tropfenweise zu giessen, also gerade wo es gilt.

Wesentlich von den bisher beschriebenen Büretten weicht die von Kersting*) angegebene ab. Sie besteht (Fig. 27) aus einer geraden

Fig. 27.



Kersting's Bürette.

Röhre, an welche ein bauchförmig erweitertes Gefäß unter einem stumpfen Winkel angesetzt ist. Das Ausgiessen geschieht dadurch, dass man erst die Flüssigkeit in das weite Gefäß und aus diesem in das Probirglas fallen lässt. Nähert man sich dem Ende des Versuchs, so neigt man das lange Ende des Rohrs wieder herab, wodurch sich die in dem bauchförmigen Gefässe gefangene Flüssigkeit durch blosses

Drehen der Röhre um ihre Längsachse tropfenweise ausgiessen lässt. Man hat den Vortheil, dass die vor dem Ausgusse vorhandene Flüssigkeitsschicht niemals gross ist. Diese Bürette ist leicht anzufertigen. Weniger als einen Tropfen kann man nicht wohl ausgiessen, auch ist der Uebelstand des Erwärmens der Probenflüssigkeit durch die Hand, und dass die Bürette keinen Stand hat, dabei nicht vermieden. Ich kenne diese Bürette nicht aus eigener Prüfung.

Drittes Capitel.

Die Pipetten.

Unentbehrlich und sehr die Arbeit abkürzend sind die Pipetten oder Saugröhren. Die Flüssigkeit wird aus den Gefässen unmittelbar in die

*) Annal. der Pharm. 87, 33.