

nitrat bleibt die Lösung auch trotz andauernden Erwärmens völlig klar.

Während des langwierigen Suchens nach diesem prinzipiellen Fehler der ursprünglichen Halogenbestimmungsmethode ergaben sich noch einige wichtige Beobachtungen, die zur sicheren Vermeidung einer Reihe kleiner, aber manchmal sich summierender Fehler führten; dabei wurden alle prinzipiellen und nebensächlichen Bedingungen vollkommen durchschaut und konnten alle Fehlermöglichkeiten vermieden werden. Dadurch erst sind wir in den Besitz eines einwandfreien Verfahrens gelangt, das vollkommen beherrscht werden kann und dessen allgemeinste Anwendbarkeit durch die vielen von Herrn Dr. Hans Lieb ausgeführten Bestimmungen an Körpern erwiesen wurde, die den verschiedensten Körperklassen angehören.

Gegenüber fast allen anderen bisher üblichen Halogenbestimmungsmethoden hat die in Rede stehende eine Reihe von Vorzügen, die erwähnt zu werden verdienen:

1. Die kurze Dauer nicht nur der für die völlige Zersetzung der betreffenden Substanz erforderlichen Zeit, sondern der ganzen Bestimmung im Vergleiche zur Zeitdauer irgendeiner anderen Bestimmungsart.
2. Die Möglichkeit, durch Zurückwägen des Schiffcheninhaltes gleichzeitig Rückstandsbestimmungen in Salzen auszuführen; insbesondere kommen da Gold- und Platinsalze in Betracht.
3. Die Möglichkeit, Halogenbestimmungen ohne weiteres auch in Körpern auszuführen, die z. B. schon durch kalte Salpetersäure oder sogar durch deren Dämpfe zersetzt werden.

Das Perlenrohr. (Abb. 24.)

Die Zersetzung der abgewogenen organischen Substanz erfolgt in einer Verbrennungsröhre aus Jenaer Hartglas von mindestens 500 mm Länge. An dem einen Ende ist die Röhre zu einer dickwandigen Spitze ausgezogen, deren Lumen höchstens einen halben Millimeter betragen soll. Der Zweck dieser feinen Öffnung ist, dem Waschwasser nach der vollzogenen Verbrennung nur langsam den Durchtritt zu gestatten, um dadurch die Berührungsdauer mit den Perlen zu verlängern, wodurch es ermöglicht wird, mit kleinen

Flüssigkeitsmengen eine quantitative Ausspülung zu erzielen. Um ein Absplittern zu vermeiden, schleift man zweckmäßigerweise die Spitze zuerst auf grober Karborundumleinwand und poliert sie dann auf feinem Schmirgelpapier. Im Bereiche des konischen Teiles der ausgezogenen Spitze besitzt die Glasmasse zwei parallele Eindrücke, um zu verhindern, daß sich dort eine Porzellanperle festsetzt und die Durchspülung beeinträchtigt. Der daran anschließende Rohranteil ist in einem Bereiche von 200 mm mit massiven Porzellanperlen *Pp* von etwa 3,5 mm Durchmesser angefüllt. Die Porzellanperlen dürfen nicht porös sein, weil sonst ein völliges Auswaschen kaum zu erreichen wäre. Um ein Herausrollen der eingefüllten Porzellanperlen zu vermeiden, brachte ich über der Perlen-schicht wiederum zwei parallele seitliche Eindrücke am Rohre an, die nur soweit angenähert sein sollen, daß sie gerade das Zurückrollen der Perlen verhindern. Eine zu starke Verengung des Lumens durch diese beiden seitlichen Eindrücke der Röhre hat den Nachteil, daß es nur schwer gelingt, den mit den Perlen angefüllten Rohranteil luftfrei mit Wasser zu füllen.

Um etwa vorhandene lösliche Silikate aus den Perlen zu entfernen, ist es angezeigt, ein neues Rohr einige Tage mit destilliertem Wasser stehen zu lassen und dieses öfter zu wechseln.

Vor jeder Bestimmung reinigt man das Rohr mit Schwefelchromsäure, indem man an der verengten Spitze mit dem Munde ansaugt und die Säure nach dem Umdrehen bei der Spitze austropfen läßt. Nun wird das Rohr der Reihe nach außen und innen wiederholt mit Brunnenwasser, mit destilliertem Wasser und mit Alkohol ausgespült und schließlich an der Luftpumpe getrocknet, indem man über die Spitze die Schlauchverbindung zur Pumpe zieht, die weite Mündung des leeren Rohranteiles mit einem Luftfilter verschließt und vorsichtig über der Flamme erwärmt.

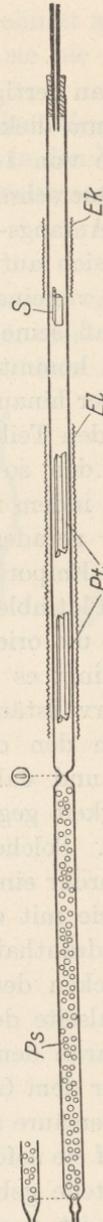


Fig. 24. Das „Perlenrohr“ in Verwendung bei Halogen- und Schwefelbestimmungen. ($\frac{1}{3}$ natürl. Größe.)
Pp Porzellanschrot, *Pt* Platinsterne, *El* lange Eisendrahtnetzrolle, *Ek* kurze Eisendrahtnetzrolle, *S* Schiffchen.