

Filtration von Halogensilberniederschlägen.

Filterröhrchen. Zur Filtration von Halogensilberniederschlägen dient das Preglsche Filterröhrchen. Die ursprünglichen Filterröhrchen wurden durch die in den letzten Jahren erzeugten Röhrchen mit Glasfrittenmasse verdrängt, welche nachstehend besprochen werden. Das Filterröhrchen bildet eine 4 cm lange, an einer Seite durch eine 2 mm starke Schicht aus Glasfrittenmasse abgeschlossene Röhre, mit einem Durchmesser von rund 1 cm. Unterhalb der eingeschmolzenen Glasfrittenmasse ist es

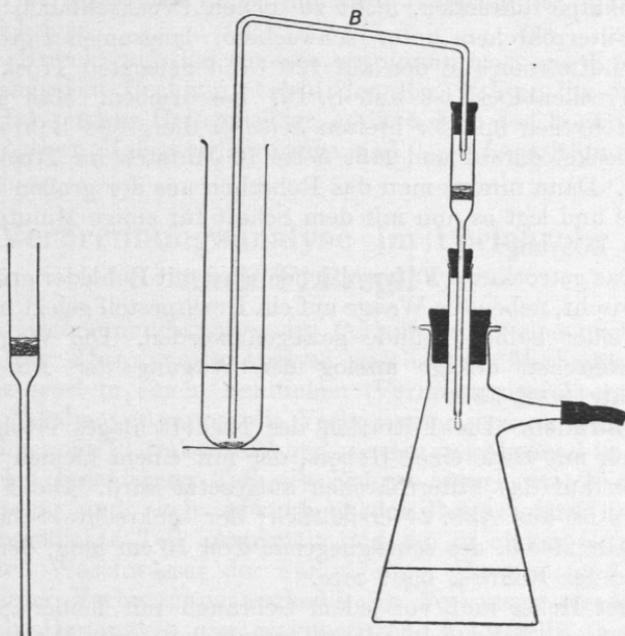


Abb. 24.

konisch verjüngt und geht in einen Schaft von 10 cm Länge und 3 mm Durchmesser über (s. Abb. 24). Zur Beschickung des Filterröhrchens zieht man über den Schaft einen Gummistopfen oder ein Gummischlauchstück und setzt das Filterröhrchen auf eine mit Stopfen und Glasrohr versehene Saugflasche (s. Abb. 24; der eingezeichnete Heber *B* wird nur zur Filtration von Niederschlägen gebraucht).

Auf die Glasfrittenmasse bringt man unter gelindem Durchsaugen eine Aufschwemmung von feinstem Goochtiiegelasbest, saugt ihn etwas fest und drückt ihn mit einem scharfkantigen

Glasstabe zusammen. Die Asbestschicht soll 2 bis 3 mm dick sein und eine vollkommen gerade Oberfläche aufweisen. Zu ihrer Präparierung stellt man sich in einem Reagensglase eine Fällung von Chlorsilber her, jedoch mit einer so geringen Menge Salzsäure, daß sich nur eine Opaleszenz bildet. Diese Lösung filtriert man durch das Asbestfilter. Sobald das Filtrat vollkommen klar abfließt, ist das Filter gebrauchsfähig. Man spült mit Wasser nach, füllt schließlich das ganze Röhrchen mit 96%igem Alkohol und saugt diesen langsam durch. Dann nimmt man das Filterröhrchen vom Absaugkolben, verbindet den Schaft mit einem zur Saugpumpe führenden, nicht zu dicken Druckschlauch und legt das Filterröhrchen unter schwachem, langsamen Durchsaugen eines Luftstromes in den auf 120 Grad geheizten Trockenblock. Der Trockenblock ist auf S. 197 beschrieben. Man legt das Filterröhrchen mit der breiten Seite in die große Bohrung, gibt den Deckel darauf und läßt 5 bis 10 Minuten im Trockenblock liegen. Dann nimmt man das Röhrchen aus der großen Bohrung heraus und legt es nun mit dem Schaft für einige Minuten in die kleine Bohrung.

Das getrocknete Filterröhrchen wird mit Rehleder gründlichst abgewischt, neben die Waage auf ein Drahtgestell gelegt und kann nach einer halben Stunde gewogen werden. Die Wägung der Filterröhrchen erfolgt analog der Wägung der Absorptionsapparate (s. S. 35).

Filtration. Die Filtration des Niederschlages erfolgt automatisch mit Hilfe eines Hebers, der mit einem kleinen Gummistopfen auf das Filterröhrchen aufgesetzt wird. Die Form des Hebers ist aus Abb. 24 ersichtlich; der senkrechte Schenkel ist ungefähr 20 cm, der schrägliegende Teil 10 cm lang, der Durchmesser der Röhre 2 bis 3 mm.

Der Heber muß vor jedem Gebrauch mit heißer Schwefelchromsäure behandelt, dann gründlichst mit Wasser nachgewaschen und schließlich mit destilliertem Wasser einige Male gespült werden. Man läßt den Heber in die Flüssigkeit eintauchen und saugt gelinde an bis durchschnittlich 2 Tropfen pro Sekunde auf die Asbestschicht fallen. Man achtet, daß der Heber ständig in die Flüssigkeit taucht, bis man schließlich die gesamte Lösung samt dem Niederschlag abgesaugt hat. Nachdem das Gefäß bis auf wenige Tropfen geleert ist, spritzt man es mit wenig Alkohol aus. Ist der Alkohol aufgesaugt, spritzt man es mit wenig Wasser¹⁾ nach. Auf diese Weise werden infolge der Oberflächenspannung die letzten Teile des Niederschlages erfaßt und auf das Filter

¹⁾ Salpetersäurehaltiges Wasser 1 : 200.

befördert. *Zum Schluß spritzt man immer mit Alkohol.* Dann entfernt man den Heber, füllt das Filterröhrchen bis zum Rand mit Alkohol voll und nimmt es, sobald dieser durchgesaugt ist, von der Saugflasche. Man wischt es außen trocken und legt es in den Trockenblock unter gleichzeitigem Durchsaugen eines Luftstromes, wie früher beschrieben. Eventuell setzt man auf die Mündung einen kleinen Korkstopfen mit Trichter und Watte als Staubfilter.

Nach dem Trocknen wird das Filterröhrchen wieder mit Rehleder gründlich abgewischt, neben die Waage gelegt und eine halbe Stunde später gewogen. Bei der Wägung der Filterröhrchen vergesse man nicht, die Nullpunktslage der Waage zu berücksichtigen.

Zur Berechnung der Analyse entnimmt man aus Küsters Logarithmischen Rechnungstafeln den log. Faktor für das gesuchte Halogen aus Halogensilber, addiert dazu den Logarithmus der gewogenen Halogensilbermenge und 1 — Logarithmus Einwaage.

Verbrennungsanalyse im Perlenrohr nach F. Pregl.

Die Verbrennungsanalyse im Perlenrohr ist eine nach dem Vorbild der Dennstedt-Analyse geschaffene Methodik. Die Substanz wird in einem Schiffchen (Verbrennungsröhrchen) im Sauerstoffstrom verbrannt, die Verbrennungsgase streichen über einen glühenden Platinkontakt und werden anschließend in einem mit Perlen beschickten Teil des Rohres absorbiert. Nach der Verbrennung und nach Abkühlung des Rohres wird der mit Perlen beschickte Teil ausgespült und die in einem Gefäß gesammelten Waschwässer der Fällung bzw. Titration zugeführt. Nach dieser Verbrennungsmethodik im Perlenrohr werden die Halogenbestimmungen, die gravimetrische Schwefelbestimmung, die maÑanalytische Schwefelbestimmung und die maÑanalytische Jodbestimmung ausgeführt.

Das Perlenrohr.

Das Perlenrohr ist eine Verbrennungsröhre aus Supremaxglas, 50 bis 60 cm lang, mit einem Lumen von 0,7 bis 0,8 mm und einer Wandstärke von rund 1 mm. Der vordere Teil ist schnabelförmig ausgezogen und endet in ein angesetztes, dickwandiges Röhrchen von 1 bis 2 cm Länge und einem Lumen von 1 mm. Der an das Schnabelstück anschließende Teil ist mit Perlen gefüllt, die eine Schicht von 22 cm Länge bilden. Nach der Perlen-