

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 Rehlleder 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-

schicht hat das Rohr einen nach innen gekehrten Dorn (eingedrückte Wandung), welcher das Herausfallen der Perlen verhindert.

Die ersten Perlenrohre waren mit Porzellanperlen gefüllt. Von diesen ist man abgekommen, da sie oft porös waren und hat sie durch Glasperlen ersetzt. Da Glasperlen aus schlechtem Glas hergestellt werden, waren sie für maßanalytische Bestimmungen unbrauchbar. Aus diesem Grunde hat man von Perlen überhaupt Abstand genommen und die Perlenschicht durch eine aus massivem Jenaer Geräteglas hergestellte Spirale ersetzt (A. Soltys). Das Spiralrohr hat seinen Zweck erfüllt. Immerhin war zu bedenken, daß die Berührung des durchströmenden Gases und somit der Absorptionseffekt beim Spiralenrohr nicht an die Wirkung des Perlenrohres heranreicht. Beim Spiralenrohr kann das Gas ziemlich geradlinig seinen Weg fortsetzen, während es beim Perlenrohr gezwungen ist, seine Richtung ständig zu ändern, wodurch die volle Absorptionsmöglichkeit erreicht wird.

Die endgültige praktische Lösung für das Perlenrohr wurde in letzter Zeit durch die Firma Paul Haack in Wien herbeigeführt, welche jetzt Glasperlen aus Jenaer Geräteglas herstellt. Das mit diesen Perlen gefüllte Rohr entspricht den maximalen Anforderungen in bezug auf Absorptionsfähigkeit und vermeidet die bisher beobachteten Mängel des Materiales.

Reinigung. Zur Reinigung wird das Perlenrohr mit heißer Schwefelchromsäure behandelt, dann gründlichst mit Leitungswasser nachgewaschen und schließlich mit destilliertem Wasser wiederholt ausgespült. Das Rohr wird dann außen abgetrocknet, mit der Mündung an eine Saugpumpe angeschlossen und unter Durchsaugen eines Luftstromes über freier Flamme getrocknet. Nach dem Trocknen legt man das Rohr sogleich auf das Verbrennungsgestell, um jeder Verunreinigung vorzubeugen.

Beschickung. Zu jedem Perlenrohr gehört ein weithalsiges Reagensglas (3 bis 4 cm Durchmesser, 15 cm lang), welches ebenfalls vor jedem Gebrauch mit heißer Schwefelchromsäure gereinigt und dann gründlichst gewaschen werden muß. Während der Verbrennung bleibt dieses Reagensglas über den mit Perlen gefüllten Teil gestülpt. Zur Beschickung des Perlenrohres wird die jeweilige Absorptionsflüssigkeit (2 bis 3 ccm) aus dem weithalsigen Reagensglas in den mit Perlen gefüllten Teil aufgesaugt. Sollte die Flüssigkeit nicht ausreichen, so benetzt man den oberen Teil durch Umlegen und Drehen des Rohres. Die Absorptionsflüssigkeit läßt man wieder abfließen; zur Analyse genügt der im Perlenrohr zurückbleibende Rest. Das Ausfließen kann man durch Ausblasen beschleunigen.

Zum Aufsaugen und Ausblasen der Flüssigkeiten verwendet man zweckdienlich ein kleines Mundstück, damit nicht Speichel in das Rohr gelangt. Man nimmt dazu einen durchbohrten Gummi- oder Korkstopfen, durch welchen man ein Glasröhrchen schiebt, das sich nach außen erweitert und mit Watte gefüllt ist. Am besten verwendet man hiezu das Schnabelstück eines alten Mikro-Verbrennungsrohres.

Ausspülen. Die ursprünglich von Pregl angegebene Art der Ausspülung des Perlenrohres haben wir aufgegeben, da es nicht bei jedem Rohr gelingt, den mit Perlen gefüllten Anteil vollkommen mit Wasser zu füllen und das Auftreten von Luftblasen immerhin eine Gefahr für den quantitativen Verlauf darstellt.

Die Ausspülung des Rohres wird folgendermaßen durchgeführt: In einen 10 ccm fassenden Meßzylinder füllt man 9 ccm Wasser ein und entleert dieses in das weithalsige Reagensglas. Die Flüssigkeit wird nun bis zum letzten Tropfen in das Rohr aufgesaugt (Mundstück), dann die Mündung des Rohres mit dem Finger verschlossen und die Schnabelspitze des Rohres in ein zweites Gefäß (je nach der Bestimmung: Reagensglas, Erlenmeyer-Kolben oder Quarzschale) gebracht, in welches man den Inhalt abfließen läßt. Nun bringt man das Spiralenrohr wieder in das erste Reagensglas zurück, füllt in dieses 10 ccm Wasser ein, saugt wieder auf und entleert wie vorher in das zweite Gefäß. Beim drittenmal gibt man 11 ccm Wasser zum Spülen in das Reagensglas.

Nachdem man das Perlenrohr dreimal auf diese Weise ausgewaschen hat, stellt man das Reagensglas mit dem Rohr darin schräg auf den Tisch und spritzt von der Mündung aus das Rohr innere kurz ab. Das Spülwasser wird in das Reagensglas ausgeblasen, der untere Teil des Rohres außen abgespritzt und dann das Rohr beiseite gelegt. Dieses Waschwasser fügt man ebenfalls den früheren Waschwässern zu und spritzt nachher das Reagenzglas nocheinmal kurz aus.

Nach dieser Methode wird die Absorptionsflüssigkeit quantitativ erfaßt, die Durchführung ist einfach und handlich, das gesamte Flüssigkeitsvolumen nur 30 bis 40 ccm.

Die Apparatur.

Die Apparatur ist in Abb. 25 wiedergegeben¹⁾. Das Perlenrohr wird so auf das Verbrennungsgestell gelegt, daß der mit Perlen gefüllte Teil über das Verbrennungsgestell frei hinaus-

¹⁾ In dieser Abbildung ist noch das Spiralenrohr wiedergegeben.