

daß das Röhrechen nicht sehr aus der Vertikalstellung kommt, damit nicht Flüssigkeit und Niederschlag in die Ausbauchung gelangen. An dem abgesprengten unteren Teil derselben wird durch eine kleine Stichflamme und Anwendung eines dicken Platindrahtes oder dergleichen ein kleiner Schnabel angebracht (Fig. 4).

Der abgehobene zweite Röhrenteil wird mehrmals mit einigen Tropfen gut ausgespült und die Flüssigkeit jedesmal an einem Glasstäbchen ins Schälchen fließen gelassen.

A. Bestimmung des Schwefels.

Da es sich nicht so sehr darum handeln konnte, die Anwendbarkeit der Methode auf verschiedene Substanzen zu studieren, als vielmehr ihre Durchführbarkeit mit kleinen Stoffmengen überhaupt darzutun, habe ich mich vorläufig auf die Bestimmung in einer einzigen Substanz, dem Schwefelharnstoff, beschränkt. Um möglichst unbefangen zu arbeiten, wurde die genannte Verbindung mit einer mir zunächst unbekanntem Menge Rohrzucker gemischt. Ähnliches gilt für die später zu beschreibenden Halogenbestimmungen.

Die für die Analysen verwendete Substanzmenge betrug 1 bis 4 *mg*.¹ Nach vor sich gegangener Zersetzung und Ausführung der oben beschriebenen Operationen wird der Inhalt des Schnabelschälchens mehrmals mit Salzsäure eingedampft. Der Rückstand wird in 3 bis 4 Tropfen salzsäurehaltigem Wasser aufgenommen und mittels eines dünnen Glasstabes aufs Platinschwammfilterschälchen gebracht; man bedient sich hierbei mit Vorteil einer kleinen Spritzflasche mit nach aufwärts gebogener kapillarer Spritzröhre, indem man das nach abwärts über das Filterschälchen gehaltene Gefäß ausspritzt und die am Schnabel sich sammelnde Flüssigkeit entweder frei oder

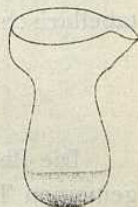


Fig. 4
(nat. Gr.).

¹ Die Empfindlichkeit der benutzten Nernst'schen Mikrowage war 0.0512 *mg* pro Teilstrich der 100teiligen Skala. Selbstverständlich kann auch eine Kuhlmann'sche Wage benützt werden.