

an einem Glasstab abtropfen läßt. Es gelingt so, den Niederschlag in kürzester Zeit quantitativ auf's Filter zu bringen. Nach dem Auswaschen mit 4 bis 6 Tropfen heißen Wassers wird der Niederschlag nach kurzem Trocknen ganz schwach geglüht¹ und noch heiß rasch in einen Exsikkator gestellt. Nach einer viertel oder halben Minute hat sich das Schälchen abgekühlt und kann gewogen werden.

Die Resultate dieser Schwefel- als auch der noch zu beschreibenden Halogenbestimmungen sind im Schlusse tabellarisch zusammengestellt.

B. Bestimmung der Halogene.

Die Beschickungsweise der Röhrchen ist bereits im allgemeinen Teil behandelt worden. Die untersuchten Substanzen waren Chlorbenzoe- und Brombenzoesäure, gemischt mit dem Verfasser vorerst ebenfalls unbekanntem Mengen Harnstoffs.

Die Erhitzungsdauer beträgt 2 bis 3 Stunden. Nach dem Aufblasenlassen, Absprengen usw. wird die Flüssigkeit am Wasserbad auf 1 bis 2 Tropfen eingengt, mit einigen Tropfen destillierten Wassers verdünnt und das Halogensilber in der oben angegebenen Weise aufs Filter gebracht. Wie besondere Versuche gezeigt haben, ist es von Nachteil, den Gefäßinhalt am Wasserbad bis zur Trocknis abzdampfen und dann den Rückstand erst mit salpetersäurehaltigem Wasser aufzunehmen; man erhält hierbei stets etwas zu hohe Resultate. Nach dem Waschen des Niederschlages mit einigen Tropfen Wasser wird derselbe, da eine oberflächliche Reduktion nicht zu vermeiden ist, vor dem Trocknen ungefähr eine Minute in eine Chlor-, beziehungsweise Bromatmosphäre gehängt. Nach dem Trocknen bei zirka 130° erscheint der Niederschlag rein weiß, beziehungsweise gelblich. Blinde Versuche haben ergeben, daß dabei das Platin nicht merklich angegriffen wird. Unterläßt man das Halogenisieren des Niederschlages, so erhält man etwas zu niedrige Resultate.

¹ Das Glühen geschieht auf einem Platinblech. Vergl. Monatshefte XXXII, 1911, p. 1129 oben.