

**42. D. Vorländer: III. Bemerkung zur Halogen-Bestimmung in organischen Verbindungen.**

[Mitteilung aus dem Chem. Institut der Universität Halle.]

(Eingegangen am 23. Oktober 1918.)

Die voranstehende Arbeit und mehrere andere Untersuchungen wären kaum durchführbar gewesen, wenn man zur Bestimmung des am Benzolkern haftenden Halogens das lästige Verfahren von Carius hätte anwenden müssen. Im Jahre 1911 hat H. Emde auf ein von Baubigny und Chavanne<sup>1)</sup> empfohlenes Verfahren aufmerksam gemacht<sup>2)</sup>, nach welchem man die Substanz in Gegenwart von Silbersulfat oder Silbernitrat mit einem Gemisch von Kaliumdichromat und konz. Schwefelsäure bei 130—140° verbrennt, das entweichende Chlor oder Brom in Sulfid-Lösung auffängt und als Halogenwasserstoff nach Volhard titriert, während Jod als Jodsäure zurückbleibt. Ich habe bei Chlor- und Brombestimmungen Quecksilber-oxydul- oder -oxydnitrat zugesetzt, z. B. 1 g  $\text{HgNO}_3$ , 6—8 g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  und 40 ccm reine konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  für etwa 0.4 g Substanz. Die Zugabe von Silbersalz ist bei Abwesenheit von Jod unnötig. Der angegebene Glasapparat erwies sich viel dauerhafter, als er anfangs erschien; ich ließ an den Aufsatz oben zur Einfüllung der konz. Schwefelsäure einen senkrecht stehenden kleinen Bulkschen Trichter anschmelzen (an Stelle des Verschlusses mit Gummischlauch und Glasstab). In dieser Form mit Quecksilbersalz hat sich das Verfahren bewährt und kann dazu beitragen, das Carius-Verfahren für Halogenbestimmung aus dem Laboratoriumsgebrauch zu verdrängen<sup>3)</sup>; nur in wenigen Fällen, bei der Analyse leicht flüchtiger Substanzen, wird man noch zum Bombenrohre greifen müssen.

---

<sup>1)</sup> C. 1903, II 69; 1904, I 609; 1908, I 2111; Ch.-Z. 1904, 106.

<sup>2)</sup> Ch.-Z. 1911, 450; Thies, ebenda, 1914, 115 u, 1037.

<sup>3)</sup> Vgl. auch Busch u. Stöve, B. 49, 1063 [1916]; Kelber, B. 50, 305 [1917]; Rosenmund und Zetzsche, B. 51, 581 [1918]; Busch, Z. Ang. 31, 232 [1918].

---