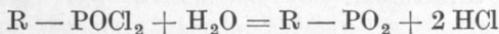


Für alle Laboratorien aber, in welchen nur zeitweise Mikro-Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmungen durchgeführt werden, dürfte die vorangehend beschriebene vereinfachte Apparatur am Platze sein. Sie ist ständig betriebsfähig, zeigt selten zu hohe Blindwerte und wenn, so können diese auch von weniger Erfahrenen rasch beseitigt werden, da der ganze Aufbau der Apparatur eine Reihe von Fehlermöglichkeiten, wie sie bei der Preglschen Apparatur gelegentlich vorkommen¹⁾, von vornherein ausschließt. Seit zwei Jahren haben eine Reihe von Praktikanten nach dieser Methode gearbeitet und schon nach der zweiten oder dritten Analyse fortlaufend richtige Resultate erhalten. Besonders sei hervorgehoben, daß unter diesen Praktikanten mehrere Herren waren die überhaupt noch nie eine quantitative Verbrennungsanalyse durchgeführt hatten. Durch die Einführung der Verbrennungsröhrchen wurde der größte Nachteil dieser Methode (Fehlresultate durch unvollkommene, zu rasche Verbrennung schwer zersetzlicher Substanzen) nicht nur behoben, im Gegenteil, die Anwendung der Verbrennungsröhrchen hat sich als eine verlässlichere Methode erwiesen als die Verbrennung im Schiffchen mit einer Kupferoxyd-Bleichromat-Rohrfüllung.

Es ist wahrscheinlich ohne Belang, ob die Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung mit der vorangehend beschriebenen Apparatur ausgeführt wird, oder ob man in einzelnen Teilen eine Abänderung trifft; z. B. an Stelle des Gasregulators den Preglschen Druckregler und Blasenähler beibehält oder mit den verschließbaren Absorptionsapparaten von Blumer-Flaschenträger arbeitet. Von der beweglichen Rohrfüllung jedoch wird man im Interesse verlässlicher Analysen von stickstoff-, halogen- und schwefelhaltigen Stoffen nicht abkommen können.

Maßanalytische Bestimmung des Kohlenstoffes und Wasserstoffes nach J. Lindner.²⁾

J. Lindner hat eine Methode geschaffen, welche die maßanalytische Bestimmung sowohl des bei der Verbrennung entstehenden Wassers als auch des Kohlendioxydes ermöglicht. Die Bestimmung des Wassers geschieht mit Hilfe von Naphtyloxychlorphosphin, welches sich mit Wasser nach der Gleichung



¹⁾ Siehe auch M. Boetius, Über die Fehlerquellen bei der mikroanalytischen Bestimmung des Kohlenstoffes und Wasserstoffes nach der Methode von Fritz Pregl. Verlag Chemie, Berlin 1931.

²⁾ Ztschr. f. analyt. Chem. 66, 305 (1925).

umsetzt. Für ein Molekül Wasser gelangen 2 Moleküle Salzsäure zur Titration. Das Kohlendioxyd wird in Barytlaug titriert.

Die Methode erfordert Substanzeinwaagen von 10 bis 15 mg. Für die Mikroanalyse kommt sie zur Zeit noch nicht in Frage.

Kohlenstoffbestimmung durch nasse Verbrennung.

Für die mikroanalytische Bestimmung des Kohlenstoffes durch nasse Verbrennung, bei welcher auf die Bestimmung des Wasserstoffes verzichtet wird, kommen zwei Methoden in Betracht, die Methode von H. Dieterle¹⁾ und die Methode von H. Lieb und H. G. Krainick.²⁾

In beiden Fällen wird die Substanz durch Schwefelsäure und Kaliumbichromat oxydiert. Lieb und Krainick verwenden überdies noch Silberchromat (nach Simon), welches die rasche Zersetzung des organischen Materiales katalytisch beschleunigt. Die entstandenen Zersetzungsprodukte werden durch den Sauerstoffstrom weitergespült und passieren bei der Methode nach Dieterle eine glühende Schicht von Kupferoxyd-Bleichromat, bei der Methode Lieb-Krainick einen glühenden Platinkontakt, um die vollständige Oxydation zu Kohlendioxyd zu erreichen. Dieterle bringt das Kohlendioxyd in einem verschließbaren Absorptionsapparat zur Wägung. Lieb und Krainick titrieren das entstandene Kohlendioxyd in Barytlösung.

Die Methode von Lieb und Krainick ist sehr exakt ausgearbeitet. Da sie auch eine einfachere Apparatur erfordert als die Methode nach Dieterle und überdies die maÑanalytische Bestimmung des Kohlendioxydes ermöglicht, dürfte sie der letzteren vorzuziehen sein. Der praktische Wert dieser Methoden kann erst durch ihre Anwendung auf physiologisches Material voll zur Geltung kommen, worüber derzeit erst Vorversuche gemacht wurden³⁾. Aus diesem Grunde wird von einer näheren Besprechung abgesehen und auf die Originalliteratur verwiesen.

Nach Untersuchungen von Vladimir Michl (C. 1932, II, 257) ist die Oxydation mit Kaliumbichromat-Schwefelsäure selbst bei Gegenwart von Silber in manchen Fällen, z. B. bei vielen Alkaloiden, nicht anwendbar.

¹⁾ Arch. Pharm. 1924, S. 35.

²⁾ Mikrochemie IX, 367 (1931).

³⁾ E. Schadendorff und M. K. Zacherl, Mikrochemie X, 99 (1931).