

genannten Fehlerquellen bei der Bestimmung von Schwefel nach der Carius-Methode möglichst zu vermeiden, gibt man zwar Bariumchlorid zur Bombenrohrfüllung, wiegt jedoch das Kriställchen vorher ab. 15 bis 20 mg genügen.

Durchführung. Die Mikro-Schwefelbestimmung wird vollkommen analog der Halogenbestimmung im Bombenrohr durchgeführt (s. S. 85). Der Inhalt des Bombenrohres wird nach dem Erhitzen in eine Platinschale überleert. Nach zweimaligem Abdampfen des Schaleninhaltes unter Zusatz verdünnter Salzsäure wird der Rückstand mit salzsäurehaltigem Wasser aufgenommen, nach dem Abkühlen der Niederschlag filtriert und gegläht. Über Filtration, Glühen, Waschen, Wägen s. S. 105.

Berechnung. $\log. \% S = \log. \text{Faktor} (= 13782) + \log. (\text{gefundenes BaSO}_4) + (1 - \log. \text{Einwaage}).$

Gleichzeitige Bestimmung von Schwefel und Halogen.

Analog der Makro-Methode kann man diese Bestimmung durchführen, wenn man das Halogen zunächst nach der Mikro-Carius-Methode bestimmt (s. S. 85). Das Filtrat vom Halogensilberniederschlag und die Waschwässer müssen in einem tadellos gereinigten Saugkolben abfließen. Der Kolbeninhalt wird quantitativ in eine Schale aus Jenaer Geräteglas (8 cm Durchmesser) überleert und nun die Schwefelsäure durch Zufügen von 2 bis 3 ccm einer 1%igen Bariumnitratlösung in der Hitze gefällt. Die Bariumnitratlösung muß vollkommen halogenfrei sein. Man prüft vorher mit Silbernitrat; entspricht sie nicht den Anforderungen, fällt man einen Teil der Lösung mit Silbernitrat, filtriert vom Halogensilber und setzt dann die Lösung dem Schaleninhalte zu.

Zur Filtration, desgleichen zum Auswaschen des Niederschlages verwendet man destilliertes, nicht salzsäurehaltiges Wasser. Über die Filtration und Weiterbehandlung des Bariumsulfates siehe S. 105. Diese Methode, von welcher wir schon öfters Gebrauch machten, gibt zufriedenstellende Resultate.