

Zur Vermeidung dieser Fehlerquelle nimmt man das Auspülen des Perlenrohres mit Wasser vor, fügt zum Schaleninhalt in der Kälte etwas verdünnte Lauge bis zur neutralen Reaktion (Phenolphthalein) und stellt die neutrale Lösung für 10 bis 20 Minuten auf das Wasserbad, um das eventuell vorhandene Sulfid restlos zu Sulfat zu oxydieren. Nach dem Erhitzen verdünnt man die eingeeengte Lösung, fügt etwas Salzsäure zu und fällt dann die Schwefelsäure durch Zufügen von 2 Kriställchen Bariumchlorid. Man bedeckt die Schale mit einem Uhrglas und beläßt sie auf dem Wasserbade bis die Abscheidung des Bariumsulfates beendet ist. Die nun folgende Filtration des erkalten Schaleninhaltes, desgleichen Glühen, Waschen und Wägen, ist gleich wie bei der Mikro-Carius-Bestimmung (s. S. 105).

## **Maßanalytische Bestimmung des Schwefels.**

### **Methode nach F. Pregl für stickstoff- und halogenfreie Substanzen.**

Die maßanalytische Schwefelbestimmung bei stickstoff- und halogenfreien Substanzen ist einfach. Die Verbrennung der Substanz erfolgt im Perlenrohr wie bei der gravimetrischen Methode beschrieben. Die Waschflüssigkeiten werden in einem Erlenmeyerkölbchen gesammelt und direkt (ohne Aufkochen) mit  $n/50$  oder  $n/100$  Lauge titriert. Methylrot als Indikator. Das vorgelegte Wasserstoffsperoxyd wird vor dem Aufsaugen in das Perlenrohr mit etwas Methylrot versetzt und auf kanariengelben Farbton titriert.

Die Methode gibt im allgemeinen gute Resultate, obwohl der Kohlensäuregehalt des Wassers nicht berücksichtigt wird. Sicherer arbeitet man nach der im folgenden Abschnitt beschriebenen Methode, bei welcher die Titration in heißer Lösung durchgeführt wird.

### **Methode von A. Friedrich und O. Watzlaweck für Substanzen die gleichzeitig Stickstoff, Chlor oder Brom enthalten.<sup>1)</sup>**

Prinzip der Methode: Die organische Substanz wird im Perlenrohr verbrannt und die Verbrennungsgase in verdünntem

<sup>1)</sup> l. c.