

Elektroden (zuerst die Kathode) reguliert man die Spannung auf 3 bis 5 Volt und elektrolysiert durch 40 Minuten bei 40 Grad.

Zur Beendigung der Analyse entfernt man das Becherglas mit warmem Wasser, kühlt die Lösung im Elektrolysengefäß vollkommen ab und entfernt dann die beiden Elektroden bei geschlossenem Stromkreis. Die Kathode (Netzelektrode) wird der Reihe nach in destilliertes Wasser, 96%igen Alkohol und reinen Äther getaucht. Das Trocknen der Elektrode *erfolgt ohne Erwärmen, nur durch Schwenken an der Luft*. Der umgebogene Griff der Elektrode wird einmal schwach gegläht, um eventuelle Quecksilberteilchen zu entfernen. Nach 5 Minuten ist die Elektrode abgekühlt und kann gewogen werden (Nullpunkt berücksichtigen). Die Bestimmung gibt sehr gute Resultate.

## Die Mikro-Carboxylbestimmung nach F. Pregl.

Die Carboxylbestimmung ist die einfachste aller Atomgruppenbestimmungen. Sie wird durch Titration der eingewogenen Substanz mit  $n/100$  Lauge unter Anwendung von Phenolphthalein als Indikator durchgeführt. Die Titration wird zweckmäßig in einem 50 ccm fassendem Erlenmeyerkölbchen aus Jenaer Geräteglas ausgeführt, welches vorher mit heißer Schwefelchromsäure behandelt, dann gründlichst ausgewaschen und ausgedämpft wurde. Kölbchen aus Quarz sind nicht unbedingt erforderlich, jedoch sehr vorteilhaft, da sie jeden Glasfehler ausschließen.

Die Einwaage der Substanz führt man am besten im Wägeröhrchen durch (s. S. 77) und überleert sie in das Titrationskölbchen, dessen Hals man vorher trocken gewischt hat. Als Lösungsmittel kann Wasser, verdünnter Alkohol, 96%iger Alkohol oder auch Pyridin in Verwendung kommen. Das Lösungsmittel welches man nach erfolgter Einwaage zufügt, wird immer vorher in einem Kölbchen erhitzt (Wasser oder Alkohol gekocht) und nach Zusatz von einem Tröpfchen alkoholischer Phenolphthaleinlösung auf die erste, einige Sekunden bestehende Rotfärbung titriert. Zum Zusetzen der Phenolphthaleinlösung nimmt man am besten Kapillaren von ungefähr 1 mm Lumen, läßt einige Millimeter hoch aufsteigen und bläst das Tröpfchen aus.

Von dem neutralisierten heißen Lösungsmittel gibt man 5 bis 10 ccm in das Kölbchen mit der Substanz und beginnt sogleich mit der Titration. In der Regel fügt man nach Erreichung der

ersten Rotfärbung 0,3 bis 0,5 ccm Säure zu, kocht auf und titriert wieder mit Lauge auf die erste, einige Sekunden bestehenbleibende Rotfärbung zurück. War das Lösungsmittel, wie vorangehend beschrieben, vorher aufgeköcht und neutralisiert, ehe es der eingewogenen Substanz zugefügt wurde, so kann man die Titration auch *ohne Ansäuern* in einem Zuge zu Ende führen, vorausgesetzt, daß die Lauge nicht carbonathältig ist. Bei flüchtigen Säuren oder leicht zerlegbaren Acetylverbindungen bzw. Estern unterläßt man das Aufkochen mit Säure und titriert nur mit Lauge bis zum Neutralpunkt.

Sehr zweckdienlich ist es, während der Titration eine passende Reibschale unter das Titrationskölbchen zu stellen und bei Beurteilung des ersten Farbumschlages das Kölbchen in die Reibschale zu halten. Der erste Farbton läßt sich so sehr leicht erkennen, besonders am Abend, wenn man mit einer Tageslichtlampe arbeitet.

Eine Reihe aromatischer Oxysäuren kann mit Phenolphthalein als Indikator nicht titriert werden, da durch die saure Reaktion der phenolischen Hydroxylgruppen ein Mehrverbrauch an Lauge bedingt ist.

## Titration von Aminosäuren nach A. Graßmann und W. Heyde.<sup>1)</sup>

Nach Willstätter und Waldschmied-Leitz<sup>2)</sup> kann in Aminosäuren die Carboxylgruppe direkt bestimmt werden, wenn die Titration in alkoholischer Lösung erfolgt, wodurch die Bildung von Hydroxylionen völlig verhindert wird. Für die Mikromethode wird Thymolphthalein (alkoholische Lösung) als Indikator verwendet. Die Titration erfolgt mit n/100 alkoholischer Kalilauge (90%iger Alkohol), deren Titer am besten täglich durch Stellung gegenüber n/10 Säure kontrolliert wird.

Der Eintritt hellblauer Färbung, nicht die erste Farbänderung gilt als Endpunkt der Titration. Zur Beurteilung des richtigen Farbtones wird eine mit überschüssigem Ammoniak versetzte 1/400 molare Kupferchloridlösung als Vergleichslösung verwendet, welche mit der Titrationslösung in einem innen weiß ausgekleideten Kasten (um fremdes Licht abzublenden) bei Anwendung einer 200kerzigen Tageslichtlampe verglichen wird.

Da aber der Umschlag des Indikators in alkoholischer

<sup>1)</sup> Ztschr. f. physiol. Chem. **183**, 32 (1929).

<sup>2)</sup> B. **54**, 2988 (1921).