

säure ergibt, so müßte ein Kontrollversuch vorgenommen werden. Zu diesem Zwecke läßt man neuerlich einige Kubikzentimeter Schwefelsäure zufließen, dampft ein und titriert das Bisulfat wieder zurück. Entspricht der Verbrauch an Lauge der zugesetzten Menge Schwefelsäure, so waren keine flüchtigen Säuren mehr vorhanden. Ergibt sich dagegen eine kleine Differenz, so muß dieser Betrag von der früheren Bisulfattitration abgerechnet werden.

Fehlerquellen.

Die meisten Fehlresultate, die bei der Ausführung von Analysen beobachtet wurden, konnten auf mangelhafte Verbrennung der Substanz zurückgeführt werden. Vollkommen gleichmäßiges und langsames Verbrennen der Substanz und genaue Einhaltung der Gasgeschwindigkeit sind Grundbedingung für das Gelingen der Bestimmung.

Bei den Titrationen ist es technisch schwer möglich, die Flüssigkeit vorher in der Schale aufzukochen. Es ist daher erforderlich, dieselbe einige Zeit auf dem siedenden Wasserbade zu belassen, ehe die Titration ausgeführt wird. Zweckmäßigerweise wählt man bei allen Titrationen ein Flüssigkeitsvolumen von 10 bis 20 ccm.

Bei Verwendung von Quarzschalen ist große Vorsicht geboten. Obwohl dieselben aus geblasenem Quarz hergestellt sind und eine spiegelnde Oberfläche besitzen, scheinen sie doch an manchen Stellen etwas porös zu sein. So wurde beobachtet, daß nach der Behandlung derselben mit Schwefelchromsäure und nachträglichen gründlichen Auswaschens minimale Säurereste zurückgeblieben sind. Es ist daher erforderlich, die gereinigte Schale vor dem Gebrauch zu prüfen, in der Weise, daß man in dieselbe etwas destilliertes Wasser gibt, einige Zeit auf dem Wasserbade stehenläßt und dann etwas Indikator zufügt. Das heiße Wasser muß dann den rötlich-gelben Zwischenfarbton des neutralen Indikators aufweisen.

Analysen.

Berechnung: Gesucht Schwefel, gefunden Volumen n/45 H₂SO₄.
 Faktor: 3563; log. Faktor: 55.182.

1. Thiocarbanilid C₁₃H₁₂N₂S.

4002 mg Subst.	Gesamtsäuren . . .	1,92 ccm n/45-Lauge
	Bisulfat	1,55 „ „
8213 „ „	Gesamtsäuren	4,15 „ „
	Bisulfat	3,28 „ „
Berechnet: 14,06% S.		Gefunden: 13,60%, 14,23%.

2. Sulfoharnstoff $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$.

3005 mg Subst.	Gesamtsäuren	. . .	4,5	ccm n/45-Lauge
	Bisulfat	3,54	„ „
3840 „ „	Gesamtsäuren	. . .	6,42	„ „
	Bisulfat	4,56	„ „

Berechnet: 42,13% S. Gefunden: 41,97%, 42,32% S.

3. Cystin $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_4\text{N}_2\text{S}_2$.

6566 mg Subst.	Gesamtsäuren	. . .	5,75	ccm n/45-Lauge
	Bisulfat	4,92	„ „
5839 „ „	Gesamtsäuren	. . .	5,39	„ „
	Bisulfat	4,36	„ „

Berechnet: 26,7% S. Gefunden: 26,7%, 26,6% S.

4. α -Phenyl- γ -Phenyldithiobenzylaldehyd $\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{N}_3\text{S}_2$.

4414 mg Subst.	Gesamtsäuren	. . .	2,44	ccm n/45-Lauge
	Bisulfat	1,66	„ „
3050 „ „	Gesamtsäuren	. . .	1,70	„ „
	Bisulfat	1,16	„ „

Berechnet: 13,38% S. Gefunden: 13,40%, 13,56% S.

5. Tribromid des Trithioacetaldehydtrisulfons $\text{C}_6\text{H}_9\text{O}_6\text{Br}_3\text{S}_3$.

4888 mg Subst.	Gesamtsäuren	. . .	3,80	ccm n/45-Lauge
	Bisulfat	2,55	„ „
7804 „ „	Gesamtsäuren	. . .	5,80	„ „
	Bisulfat	4,07	„ „

Berechnet: 18,75% S. Gefunden: 18,59%, 18,58% S.

Nach der vorliegenden Methodik wurden bisher nur Substanzen analysiert, welche im Molekül neben Schwefel entweder Stickstoff oder Halogen enthalten. Wie weit die Methode entspricht, wenn es sich um die Analyse von Substanzen handelt, welche neben Schwefel Stickstoff und Halogen gleichzeitig enthalten, konnte bisher nicht geprüft werden, da es nicht mehr möglich war, einige solcher Präparate in der erforderlichen Reinheit zu beschaffen. Über diese Versuche wird demnächst berichtet.