

Reagenzglase mit einer Spur neutralen Indikators (siehe Seite 102) zu versehen und mit der entsprechenden Lauge tropfenweise bis auf „Kanariengelb“ als Neutralpunkt einzustellen.

Nach erfolgter Verbrennung spült man das Rohr in der ebenfalls schon geschilderten Weise durch zwei- oder dreimaliges Füllen des Raumes, in dem sich die Perlen befinden, mit reinem Wasser aus und sammelt in diesem Falle die Waschwässer in einem Erlenmeyerkölbchen aus Jenaer Glas, worauf sofort die Titration bis zur Erreichung des Neutralpunktes = „Kanariengelb“ mit der entsprechenden Lauge erfolgen kann. Bei der Titration hat man sowie bei allen Titrationen, die unter Verwendung von Methylrot als Indikator ausgeführt werden, zu beachten, daß dieser Indikator die Erscheinung der „Nachrötung“ zeigt. Man hat daher den Stand der Bürette erst dann abzulesen, wenn der erreichte kanariengelbe Farbenton auch noch nach zwei Minuten bestehen bleibt. Der Einfachheit und Bequemlichkeit wegen bedienen wir uns zur Ausführung der titrimetrischen Schwefelbestimmungen der bei der Mikro-Kjeldahlmethode ausführlich besprochenen $\frac{1}{70}$ n-NaOH-Lösung.

Einige Analysenbeispiele.

a) Halogenbestimmungen.

Tribromphenol:

$$5,040 \text{ mg} : 8,545 \text{ mg AgBr} = 72,15\% \text{ Br.}$$

$$\text{Ber.: } 72,27\% \text{ Br.}$$

Trichlordinitrobenzol:

$$6,558 \text{ mg} : 10,41 \text{ mg AgCl} = 39,27\% \text{ Cl.}$$

$$\text{Ber.: } 39,19\% \text{ Cl.}$$

2-Chloranthrachinon-5-Karbonsäure:

$$6,618 \text{ mg} : 3,34 \text{ mg AgCl} = 12,48\% \text{ Cl.}$$

$$\text{Ber.: } 12,38\% \text{ Cl.}$$

7-Chlor-1,9-Benzanthron:

$$7,739 \text{ mg} : 4,22 \text{ mg AgCl} = 13,49\% \text{ Cl.}$$

$$\text{Ber.: } 13,40\% \text{ Cl.}$$

b) Schwefelbestimmungen.

Gewichtsanalytisch:

Sulfonal:

$$6,185 \text{ mg} : 12,745 \text{ mg BaSO}_4 = 28,31\% \text{ S.}$$

$$\text{Ber.: } 28,10\% \text{ S.}$$

Trionat:

$$6,148 \text{ mg} : 11,925 \text{ mg BaSO}_4 = 26,65\% \text{ S.}$$

$$\text{Ber.: } 26,48\% \text{ S.}$$

Sulfanilsäure:

$$5,680 \text{ mg} : 7,60 \text{ mg BaSO}_4 = 18,38\% \text{ S.}$$

$$\text{Ber.: } 18,25\% \text{ S.}$$

Maßanalytisch:

Sulfonal:

$$5,103 \text{ mg} : 6,27 \text{ ccm } \frac{1}{70} \text{ n-NaOH} = 28,15\% \text{ S.}$$

$$\text{Ber.: } 28,10\% \text{ S.}$$

Dithiohydrochinon : $(\text{C}_6\text{H}_4(\text{SH})_2)$:

$$5,492 \text{ mg} : 10,83 \text{ ccm } \frac{1}{70} \text{ n-NaOH} = 45,16\% \text{ S.}$$

$$\text{Ber.: } 45,11\% \text{ S.}$$

Methylmerkapto-1-di-(acetylmerkapto)-2-4-benzol

$(\text{C}_6\text{H}_3 \cdot \text{SCH}_3 \cdot (\text{SCOCH}_3)_2)$:

$$5,363 \text{ mg} : 8,28 \text{ ccm } \frac{1}{70} \text{ n-NaOH} = 35,36\% \text{ S.}$$

$$\text{Ber.: } 35,33\% \text{ S.}$$

Die Bestimmung des Schwefels und der Halogene in kleinen Substanzmengen nach dem Prinzip von Carius.

Obwohl das früher besprochene Verfahren der Bestimmung dieser Elemente unbedingt den Vorzug verdient, so will ich hier nur der Vollständigkeit halber auch dieses Verfahrens gedenken. Das Abwägen der Substanz erfolgt in 1—1,5 mm weiten, 30 mm langen, beiderseits offenen Kapillaren. Die Wägung der leeren Kapillare sowohl wie die der mit Substanz beschickten erfolgt in horizontaler Lage auf einem Aluminiumdrahtbänkchen. Durch Aufstoßen der leeren, gewogenen Kapillare in die auf einem Uhrglas befindliche Substanz gelingt es, diese in einer Länge von 2—4 mm hineinzupressen. Wenn nötig, schiebt man mit einem streng in die Kapillare passenden Glasfaden nach, um für mehr Substanz Raum zu schaffen. Das gefüllte Ende der Kapillare wird vor der Wägung sorgfältig abgepinselt und abgewischt, damit während der Wägung kein Verlust stattfindet. Auch empfiehlt es sich dabei, das gefüllte Ende der Kapillare über den Rand der Wagschale vorragen zu lassen.