

Nach beendeter Wägung wird die Elektrode, wie früher beschrieben, durch Eintauchen in konzentrierte Salpetersäure, Wasser, Alkohol, Äther wieder gereinigt und dann getrocknet. Die Bestimmung gibt sehr genaue Resultate.

Über die elektrolytische Bestimmung von Kupfer in salpetersaurer Lösung siehe: Benedetti-Pichler, Ztschr. f. analyt. Chem., 62, 321, 1923.

Bestimmung des Quecksilbers nach A. Verdino.¹⁾

Die Elektrode. Für die Bestimmung von Quecksilber muß die Platin-Netzelektrode vergoldet werden. 50 mg reines Goldblech werden in Königswasser auf dem Wasserbade gelöst. Die Lösung wird unter wiederholtem Zufügen von Wasser zur Trockene gedampft, der Rückstand in 5 ccm Wasser gelöst, mit 0,65 g Cyankalium versetzt und in das Elektrolysengefäß überleert. Das Elektrolysengefäß wird auf 55 Grad geheizt (am besten mit einem Wasserbad), die Elektroden eingesetzt und das Gold durch zwei-stündige Elektrolyse bei 3, 5 Volt Spannung auf die Netzelektrode niedergeschlagen. Die Elektrode wird dann nach der früher beschriebenen Weise durch Eintauchen in Wasser, Alkohol und Äther und Trocknen in den Flammgasen zur Wägung vorbereitet.

Die Zerstörung der organischen Substanz erfolgt durch Erhitzen im Mikro-Bombenrohr mit konzentrierter Salpetersäure (270 bis 280 Grad, 2 Stunden). Über Einwaage und weitere Behandlung des Bombenrohres siehe Mikro-Carius-Methode S. 85.

Nach dem Erkalten wird die Kapillare der Bombe, von der Spitze beginnend, gelinde erwärmt, um die kondensierte Flüssigkeit in den kühlen Teil des Bombenrohres zu treiben. Dann wird die Bombe geöffnet (s. S. 87). Die abgesprengte Spitze wird zunächst über dem Elektrolysengefäß mit Wasser ausgespült, der Bombeninhalt in das Elektrolysengefäß überleert und mit Wasser nachgewaschen. Nach dem Absprengen des Bombenrohres unterbleibt selbstverständlich das bei der Carius-Methode vorgeschriebene Rundschmelzen der Bruchstelle. Wurde zur Einwaage eine Kapillare verwendet, so muß diese gründlichst ausgespült werden. Die gesamte im Elektrolysengefäß gesammelte Flüssigkeitsmenge soll 5 ccm betragen.

Elektrolyse. Zur Durchführung der Elektrolyse taucht man das Elektrolysengefäß zunächst in ein Becherglas mit Wasser, welches auf 40 Grad gehalten wird. Nach dem Einsetzen der

¹⁾ Mikrochemie VI, 5 (1928).

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 geglüht, 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