

## Bestimmung des Schwefels in organischen Verbindungen.

Die Schwefelsäure vereinigt sich mit den organischen Körpern zuweilen in der Weise, dass sie ihre Reactionen beibehält; in vielen anderen Fällen dagegen lässt sie sich von dem organischen Stoff nur dadurch trennen, dass man denselben zerstört. Andere organische Stoffe enthalten Schwefel, in der Form von Schwefelcyan oder in einer Weise mit dem organischen Stoff verbunden, dass er durch Salpetersäure nicht zu Schwefelsäure oxydirt werden kann.

Um in diesen Fällen den Schwefelgehalt der organischen Substanzen zu bestimmen, zerstört man dieselben durch Schmelzen mit Kalihydrat, dem man zur vollständigen Verbrennung und Ueberführung des Schwefels in Schwefelsäure etwas Salpeter zusetzt.

In einer geräumigen Silberschale bringt man einige Stücke Kalihydrat nebst etwas Salpeter (etwa  $\frac{1}{8}$  vom angewandten Kali), schmilzt beide unter Zusatz von ein paar Tropfen Wasser zusammen, bringt nach dem Erkalten die abgewogene Menge der fein gepulverten Substanz hinzu und erhitzt über der Spirituslampe, bis Schmelzung eintritt. Man kann nun durch Umrühren mit dem Platinspatel die Substanz vertheilen, und indem man allmählig stärker erhitzt, doch so, dass kein Spritzen stattfindet, gelingt es leicht, die meistens anfangs durch ausgeschiedene Kohle geschwärzte Masse farblos zu erhalten. Sollte dies nicht bald geschehen, so fügt man noch etwas gepulverten Salpeter nach und nach in kleinen Portionen zu. Die farblos gewordene Flüssigkeit erstarrt beim Erkalten zu einer Masse, die man mit Wasser übergießt und durch Erwärmen darin völlig löst. Die Lösung

wird in ein Becherglas gegossen, die Silberschale mit Wasser mehrmals ausgespült und die vereinigten Flüssigkeiten mit Salzsäure übersättigt. Da hierbei ein bedeutendes Aufbrausen stattfindet, so muss das Becherglas mit einer Glasplatte bedeckt gehalten werden. Durch Zusatz von Chlorbarium fällt schwefelsaurer Baryt nieder, den man 12 Stunden lang in der Flüssigkeit an einem warmen Orte stehen lässt, worauf man ihn auf dem Filter auswäscht, trocknet und glüht. Aus dem Gewicht des schwefelsauren Baryts berechnet man leicht die Menge des Schwefels. Man darf nie versäumen, den schwefelsauren Baryt nach dem Wägen auf einen Gehalt an Aetzbaryt zu prüfen. Der schwefelsaure Baryt, wenn er aus salpetersäurehaltigen Flüssigkeiten gefällt wird, hält bekanntlich hartnäckig salpetersauren Baryt zurück, welcher letztere sich beim Glühen in Aetzbaryt verwandelt. Den geglühten schwefelsauren Baryt übergießt man daher mit verdünnter Salzsäure und prüft das Filtrat durch Zusatz von Schwefelsäure auf einen Gehalt an Baryt. Ist solcher vorhanden, so muss der schwefelsaure Baryt mit Salzsäure vollständig ausgewaschen, nochmals geglüht und gewogen werden. Uebrigens kann man die Beimengung von salpetersaurem Baryt stets vermeiden, wenn man möglichst wenig Salpeter anwendet und ferner den schwefelsauren Baryt recht sorgfältig mit kochendem Wasser auswäscht.

Es versteht sich von selbst, dass sowohl Aetzkali als Salpeter völlig frei von Schwefel seyn müssen. Nachdem man daher beide zusammengeschmolzen hat, prüft man sie nach dem Auflösen eines Theils in Wasser durch Chlorbarium. Das Aetzkali erhält man leicht frei von Schwefel, wenn man gewöhnliches Kalihydrat mit Spiritus übergießt. Es bilden sich in diesem Falle zwei

Schichten in der Flüssigkeit; die obere, eine alkoholische Lösung von Kalihydrat, wird in einer Silberschale eingedampft und das zurückbleibende Kalihydrat geschmolzen.

Um in flüchtigen organischen Verbindungen den Schwefelgehalt zu bestimmen, verbrennt man dieselben mit einem Gemenge von kohlensaurem Natron und Salpeter in einer Glasröhre. An das Ende der Verbrennungsröhre bringt man ein Gemisch von trockenem kohlen-sauren Natron und Salpeter, hierauf in geöffneten Glaskügelchen die abgewogene Menge der zu untersuchenden Flüssigkeit — feste flüchtige Körper bringt man in Glasschiffchen ein — und füllt hierauf die Röhre mit einem Gemenge von kohlen-saurem Natron und wenig Salpeter an. Man erhitzt den vorderen Theil zum Glühen und bewirkt hierauf durch gelindes Erwärmen der Glaskügelchen die allmälige Verdampfung der Flüssigkeit, wobei der hintere Theil der Röhre so weit erhitzt wird, dass keine Flüssigkeit sich daselbst condensiren kann. Zuletzt wird auch das Ende der Röhre zum Glühen gebracht, wobei der entweichende Sauerstoff, etwa abgeschiedene Kohle, vollständig verbrennt. Nach dem Erkalten der Röhre wird ihr Inhalt in Wasser gelöst, mit Salzsäure neutralisirt und mit Chlorbarium gefällt, wobei die im Vorhergehenden beschriebenen Vorsichtsmassregeln zu beobachten sind.

### Controlen für organische Analysen.

Nachdem nun in dem Vorhergehenden alle Vorsichtsmassregeln beschrieben worden sind, welche die Erreichung eines guten Resultates verbürgen, sind noch einige Verfahrungsweisen zu berühren, welche als Controlen für die Kohlenstoff- und Wasserstoffbestimmungen zuweilen in Anwendung kommen.