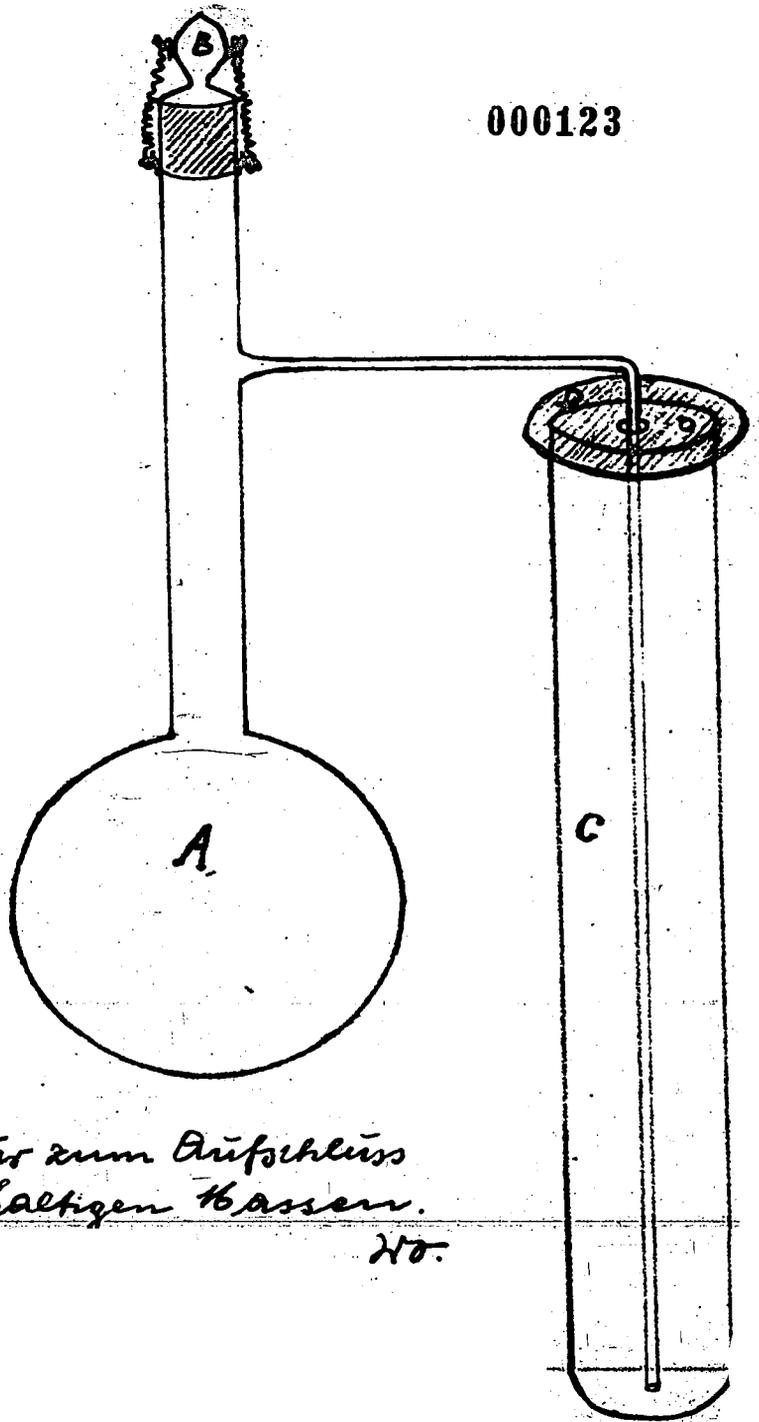


Gesamtschwefel-Bestimmung in S-haltigen Massen.

Prinzip: Die zu untersuchende S-haltige Masse wird in geschlossener Apparatur mit Bromsalzsäure aufgeschlossen und oxydiert.

Ausführung: Die Einwaage der feinst gepulverten trockenen Masse wird so gewählt, daß die spätere  $\text{BaSO}_4$ -Fällung nicht zu stark wird (0,2 - 0,4 g  $\text{BaSO}_4$ ). Die Masse wird in den trockenen Kolben gegeben. Dann beschickt man das vorgeschaltete Reagenzglas "C" zur Hälfte mit Bromwasser, zur andern Hälfte mit konz. HCl. Das Reagenzglas wird mit einem Glasplättchen "D" abgedeckt, durch dessen eine Bohrung die Kapillare des Aufschluß-Kölbchens führt. Die zweite Bohrung des Plättchens dient zum Ausgleich gegen Luft. Jetzt wird ein Gefäß mit heißem Wasser ( $70 - 80^\circ \text{C}$ ) unter den Kolben gebracht, d.h. durch Erwärmen des Luftvolumens im Kolben und Verdrängung der Luft wird ein Vakuum erzeugt, das beim nachfolgenden Erkalten einen Teil der Bromsalzsäure in den Kolben saugt. Die Lösung der Masse wird dann durch Erhitzen gefördert. Weiteres Ansaugen von Bromsalzsäure bzw. Erwärmen bis zum Sieden bringt die Einwaage dann zur vollkommenen Lösung. Letzteres ist das Zeichen für Beendigung des Aufschlusses. Die Lösung einschl. des unlöslichen Rückstandes wird nun in ein Becherglas gespült, bis auf einen geringen Rest eingeengt zur Säure-Vertreibung, dann mit Wasser neu aufgenommen und in der Siedehitze mit Ammoniak das Eisen herausgefällt. Nachdem letzteres abfiltriert, wird die Lösung schwach mit HCl angesäuert und in der Siedehitze, wie bekannt, mit  $\text{BaCl}_2$  das Sulfat gefällt.

000123



Apparatur zum Aufschluss  
von S-haltigen Wasser.

No.