

IV.

Bestimmung des organisch gebundenen Schwefels.

(Nach Dr. Feist u. Dr. Roelen).

Apparatur:

Die zur Schwefelbestimmung benutzte Apparatur ist in folgender Abbildung wiedergegeben:

Sie setzt sich zusammen aus einem weiten Verbrennungsrohr V aus Quarzglas, einem kleinen Schlangenkühler K, zwei Frittenwaschflaschen I und II und einer Luftwaschflasche III, die sämtlich durch Glasschliff miteinander verbunden sind. Hinzu kommt noch eine Gasuhr, in der das verbrannte Gas vorher gemessen wird.

Ausführung:

Vor jeder Verbrennung läßt man das Gas eine Zeit lang durch die frisch gefüllte Gasuhr streichen, damit das Wasser hierin mit Gas gesättigt wird. Inzwischen füllt man die Waschflaschen nach vorherigem Ausspülen mit dest. H_2O wie folgt:

Waschflasche I:

Füllung bei	30	15	5 g S/100 m ³
mit 100 cm ³ H ₂ O	20	10	3 cm ³ n/10 Na ₂ CO ₃

Waschflasche II:

Füllung bei	30	15	5 g S/100 m ³
mit 50 cm ³ H ₂ O	10	5	2 cm ³ n/10 Na ₂ CO ₃

bei einem Verbrauch von 100 Ltr. Gas.

Zu diesen Lösungen gibt man noch ein paar Tropfen einer Bromphenolblaulösung, die als Indikator dient und erkennen läßt, wann das vorgelegte Carbonat verbraucht ist. Waschflasche III ist mit $K_4 [Fe(CN)_6]$ - Lösung gefüllt, zur Reinigung der angesaugten Verbrennungsluft. Die letztere soll etwa das Vierfache des angewandten Gases ausmachen.

Nach erfolgter Verbrennung saugt man noch solange Luft durch den Apparat, bis das Verbrennungsrohr völlig abgekühlt ist, vereinigt dann den Inhalt der Waschflaschen I und II in einem 1 Ltr.-Erlenmeyerkolben, spült das Verbrennungsrohr mehrmals mit dest. H_2O aus und titriert das überschüssige Alkali mit $n/10$ HCl zurück, wobei die Farbe des zugesetzten Indikators in stahlblau umschlägt.

Nach dem Titrieren kann man die Lösung bis auf einen kleinen Rest eindampfen, filtrieren und, nachdem man noch HCl bis zur deutlichen sauren Reaktion zugesetzt hat, heiß mit $BaCl_2$ versetzen. Beim Erkalten scheidet sich der im Gas evtl. vorhandene Schwefel als $BaSO_4$ ab und kann durch Wägung bestimmt werden.

Berechnung:

a) $1 \text{ cm}^3 \text{ } n/10 \text{ Na}_2\text{CO}_3 = 1,6 \text{ mg S} = 1,6 \text{ g S}/100 \text{ m}^3$ bei Anwendung von 100 Ltr. Gas.

b) $234 \text{ mg BaSO}_4 = 32 \text{ mg S}$.

Die Umrechnung erfolgt auf $\text{g S}/100 \text{ m}^3$.