

Zweiundvierzigstes Kapitel.

Schwefel.

Die Bestimmung des Schwefels in festen Schwefelmetallen geschieht am besten durch Ueberführen desselben in Schwefelsäure und Bestimmung der entstandenen Schwefelsäure. Zur Oxydation des Schwefels dient am besten chlorsaures Kali in Verbindung mit kohlen-saurem Kali und Natron. Die Oxydation durch Salpeter giebt fast immer um 2 bis 3 Proc. zu hohe Resultate, weil die Gegenwart der Salpetersäure in dem unzersetzten Salpeter eine Fällung von salpetersaurem Baryt auf dem schwefelsauren veranlasst. Es wird dadurch mehr Baryt gefällt, als der Schwefelsäure entspricht; da die Bestimmung der Schwefelsäure auf maassanalytischem Wege eine Restmethode ist, so wird zu wenig Barytlösung abgezogen, also zuviel in Anrechnung gebracht. Man macht ein Gemenge von 1,5 Thl. reinem kohlen-saurem Kali, 1 Thl. kohlen-saurem Natron und 2 Thln. chlorsaurem Kali. Mit diesem Gemenge mischt man das sehr fein gepulverte Schwefelmetall in einem Platintiegel und schmilzt bei aufgesetztem Deckel und langsam zunehmender Hitze, bis die Masse ruhig fliesst. Nach Bedürfniss kann man eine kleine Menge chlorsaures Kali nachwerfen. Der aussen gereinigte Tiegel wird in einer Porzellanschale mit gutem Ausguss mit destillirtem Wasser zusammengebracht und das Salzgemenge durch Erwärmen gelöst, dann filtrirt und ausgewaschen. Das Filtrat enthält schwefelsaures Alkali mit kohlen-saurem gemischt. Man übersättigt schwach mit Salzsäure, fällt dann die Schwefelsäure mit bestimmten und überschüssigen Mengen von Normal-Chlorbariumlösung, dann nach einigem Erwärmen vollends mit kohlen-saurem Ammoniak und filtrirt. Der kohlen-saure Baryt im Niederschlag wird mit Normal-Salpetersäure bestimmt und nach I, S. 90 ff. berechnet.

Die Schwefelbestimmung gelingt ganz gut, wenn die Aufschliessung gelingt. Dies ist aber nicht immer der Fall. Es mögen hier noch einige specielle Anwendungen Platz finden.

1) Bleiglanz.

0,5 Grm. Bleiglanz mit 2 Grm. Alkalimischung und 1 Grm. chlorsaurem Kali eingeschmolzen und noch etwas chlorsaures Kali nachgegeben. Das ausgeschiedene Bleioxyd hatte die Farbe der Mennige.

Zum Filtrat 10 CC. Normal-Chlorbariumlösung, dann mit kohlen-saurem Ammoniak ausgefällt. Der kohlen-saure Baryt sättigte

1) 5,5 CC. Normalsalpetersäure,

2) 5,7 „ „

Im ersten Falle entsprechen dem Schwefel $10 - 5,5 = 4,5$ CC.

Normal-Chlorbariumlösung. Diese mit 0,016 multiplicirt geben 0,072 Grm. = 14,4 Proc. Schwefel.

Im zweiten Falle kommen $10 - 4,7 = 4,3$ CC. Normal-Chlorbariumlösung zur Anwendung. $4,3 \times 0,016 = 0,0688$ Grm. = 13,76 Proc. Schwefel. Die Formel verlangt 13,38 Proc. Schwefel.

2) Eisenkies und Kupferkies lassen sich nicht in dieser Art aufschliessen, wahrscheinlich weil die Oxyde dieser Metalle in Alkalien unlöslich sind. Der Schwefel muss auf nassem Wege mit starker Salpetersäure oxydirt werden. 0,5 Grm. Eisenkies in dieser Art behandelt erhielt 20 CC. Normal-Chlorbariumlösung. Der kohlen saure Baryt zeigte sich = 3,5 CC. Normalsalpetersäure. Der Schwefel ist also = $20 - 3,5 = 16,5$ CC. Normal-Chlorbariumlösung. $16,5 \times 0,016 = 0,264$ Grm. = 52,8 Proc. Schwefel. Die Formel FeS_2 verlangt 53,34 Proc.

Dreiundvierzigstes Kapitel.

Anwendung der Titrimethode in der Pharmacie.

Eine sehr ausgedehnte Anwendung kann die Titrimethode in der Pharmacie finden, indem man durch sehr leichte und sichere Verfahrensarten den Gehalt vieler Arzneimittel an ihren wirksamen Bestandtheilen ermitteln kann, was sonst nur mittelst sehr zeitraubender Gewichtsanalysen möglich war. Nicht nur, dass der Apotheker beim Ankaufe von Rohwaaren, Säuren, Alkalien, Salzen sich der Stärke seiner Waare versichern kann, auch die von ihm selbst gefertigten Arzneimittel kann er auf ihren gleichbleibenden Gehalt prüfen. Wir wollen nur die wichtigsten Anwendungen aufführen und dabei der alphabetischen Ordnung der preussischen Pharmacopoe folgen. Wir nehmen an, dass man sich der Grammgewichte und der nach Cubikcentimetern getheilten Büretten bediene. Zunächst kommen die Säuren.

Acetum concentratum soll nach Angabe der Pharmacopoe 25 Proc. wasserleere Essigsäure enthalten. Wenn man 5,1 Grm. *Acetum concentratum* abwägt, so geben die bis zur blauen Färbung der Lakmüstinctur verbrauchten Cubikcentimeter Normalkali direct die Procente an wasserleerer Essigsäure. Wägt man 6 Grm. ab, so erhält man die Procente an Essigsäurehydrat. Da das specifische Gewicht des *Acetum concentratum* 1,04 ist, so sind $\frac{5,1}{1,04}$ oder 4,9 CC. gleich 5,1 Grm. Man kann also, statt 5,1 Grm. abzuwägen, in einer engen Pipette 4,9 CC. *Acetum concentratum* ablaufen lassen.

Wenn die Essigsäure Salzsäure enthält, so sättigt man sie mit reinem