

226. Josef Lindner: Bemerkungen zur mikroanalytischen Bestimmung des Sauerstoffes in organischen Verbindungen nach J. Unterzaucher und K. Bürger.

[Aus d. Pharmazeut.-chem. Laborat. d. Universität Innsbruck.]
(Eingegangen am 21. April 1938.)

J. Lindner und W. Wirth¹⁾ veröffentlichten im Maiheft dieser Berichte im vorigen Jahre eine Mikromethode zur Bestimmung des Sauerstoffes in organischen Substanzen, die außer C, H und O im besonderen noch S, N und Halogen enthalten können. Veranlaßt durch diese Arbeit, haben darauf J. Unterzaucher und K. Bürger²⁾ in einer vorläufigen Mitteilung Versuche auf dem gleichen Gebiete bekannt gegeben, die bis zur Analyse von C, H und O enthaltenden Verbindungen gediehen waren. In einer zweiten Mitteilung³⁾ beschreiben sie nunmehr ihr weiter entwickeltes Verfahren, das auch auf Verbindungen mit S- und N-Gehalt anwendbar ist, wobei sie zugleich die Anwendbarkeit auf halogenhaltige Substanzen erwägen. Ihre Methode weist in wesentlichen Punkten Übereinstimmung mit jener von Lindner und Wirth auf, doch heben Unterzaucher und Bürger einleitend hervor, daß ihre in der zweiten Mitteilung vorliegende Arbeit unabhängig und ohne Kenntnis der Arbeit von Lindner und Wirth ausgeführt wurde. Die wesentlichsten, den beiden Verfahren gemeinsamen und von Lindner und Wirth zuerst beschriebenen Einführungen seien im folgenden kurz angeführt.

Die Anwendung der Hydrierungsmethode auf Substanzmengen von einigen Milligrammen setzte notwendig voraus, daß Störungen der Wasserbestimmung durch Hydrierungsprodukte wie SH_2 , NH_3 und Halogenwasserstoff vermieden wurden, da eine Berücksichtigung nach dem Vorgang von ter Meulen im Mikroverfahren nicht möglich erschien. Nur die Bindung des Schwefels im Reaktionsrohr mit erhitztem Nickel nach ter Meulen erwies sich auch in der Mikroanalyse als gangbar. Zur Abtrennung des Ammoniaks von Wasser wird letzteres (vor der Durchführung der maßanalytischen Bestimmung) mit Calciumoxyd aufgefangen, dessen Verwendbarkeit im quantitativen Mikroverfahren erprobt wurde. Halogenwasserstoffe werden durch Einschalten von erhitztem Calciumoxyd in den Gasstrom in äquivalente Mengen Wasser umgesetzt. Zur Bestimmung des Sauerstoffgehaltes muß demnach der Halogengehalt der Substanz bekannt sein. Bei sauerstoff-freien Verbindungen liefert die Hydrierungsmethode unmittelbar den Halogengehalt. Die Brauchbarkeit dieser Einführungen wird von Lindner und Wirth nicht nur für S- und N-haltige, sondern auch schon für halogenhaltige Verbindungen an praktischen Beispielen erwiesen.

An der Einrichtung der Apparatur sei besonders die konsequente Verwendung von Glasschliffen an Stelle von Kautschukverbindungen im Bereich zwischen der Trocknungsvorrichtung für den Gasstrom und dem Absorptions- bzw. Phosphin-Apparat hervorgehoben, die von J. Lindner behufs Erlangung genauer Wasserstoffwerte bereits in seiner Verbrennungsvorrichtung⁴⁾ durchgeführt worden war. Die grundsätzliche Betonung dieses Bereiches stützt sich darauf, daß sich hier eindringende Wasserspuren unmittelbar als Störungen auswirken, wobei es schon auf Mengen von $<0.1\%$ der Substanz (Größenordnung $1\ \gamma$) ankommt, während im vorangehenden Trakt der Leitung eintretende Feuchtigkeit nur eine größere Belastung der Trockenmittel verursacht, dessen Aufnahmevermögen meist über $1\ \text{g}$ liegen wird.

¹⁾ B. 70, 1025 [1937].

²⁾ B. 70, 1392 [1937].

³⁾ B. 71, 429 [1938].

⁴⁾ vergl. J. Lindner, „Mikromaßanalytische Bestimmung des Kohlenstoffes und Wasserstoffes mit grundlegender Behandlung der Fehlerquellen in der Elementaranalyse“, Berlin 1935.