

Hydrosulfit in der Maßanalyse

(I. Mitteilung)

von

Wilhelm Siegmund.

Aus dem Laboratorium für chemische Technologie organischer Stoffe an der
k. k. Technischen Hochschule in Wien.

(Mit 1 Textfigur.)

(Vorgelegt in der Sitzung am 11. Juli 1912.)

Die große Reduktionskraft des Hydrosulfits läßt dasselbe als besonders geeignet zur Titerflüssigkeit erscheinen. So hat Schützenberger¹ eine Methode zur Bestimmung des in Wasser gelösten Sauerstoffes unter Verwendung von indigosulfosaurem Natrium² angegeben. Zur Titerstellung verwendet Schützenberger eine ammoniakalische Kupfersulfatlösung.³ F. Mohr⁴ verwendet zum Titerstellen eine Ferriammoniakalaunlösung und als Indikator Rhodankalium, E. H. Ekker⁵ rotes Blutlaugensalz und als Indikator eine Ferrosulfatlösung. Natürlich kann man umgekehrt auch das Hydrosulfit zur maßanalytischen Bestimmung der genannten Substanzen verwenden. Beachtung verdient ferner das Hydrosulfit in der Indigoanalyse. Hinsichtlich der Literatur sei auf die Monographie von Jellinek: »Das Hydrosulfit«⁶ verwiesen.

¹ Schützenberger und Gerardin, *Comp. rend.*, 75, 879 (1872).

² *Bull. soc. chem.* (2), 20, 145—150 (1873).

³ Schützenberger et Risler, *Bull. soc. chem.* (2), 19, 152—156 (1873).

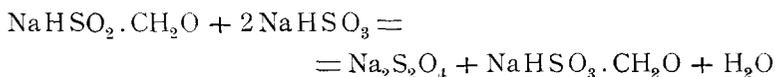
⁴ *Z. f. analyt. Chem.*, 12, 138 (1873).

⁵ *Z. f. angew. Chem.*, 18, 168—170 (1905).

⁶ Sammlung chemischer und chemisch-technischer Vorträge. Herausgegeben von Prof. Dr. W. Herz, I. Teil, p. 13, und II. Teil, p. 80.

Daß alle diese Methoden keine große Verbreitung gefunden haben, liegt an der überaus leichten Zersetzlichkeit der Hydrosulfitlösung und der dadurch bedingten komplizierten Apparatur.¹ Es muß in einer indifferenten Gasatmosphäre oder im Vakuum unter sorgfältigstem Ausschluß der Luft gearbeitet werden, was alles schwierig und zeitraubend ist. Auch die von der Badischen Anilin- und Sodafabrik ausgearbeitete Indigoanalyse² geschieht unter Leuchtgasabschluß und mit einer durch Laugenzusatz haltbar gemachten Hydrosulfitlösung. Trotzdem verändert jedoch die Lösung nicht nur sehr bald ihren Titer, sondern wird in relativ kurzer Zeit durch Zersetzung ganz unbrauchbar.

Die geschilderten Übelstände ließen sich nun durch Anwendung einer in besonderer Weise haltbar gemachten Hydrosulfitlösung beheben. Die Herstellung einer solchen wurde nun im folgenden versucht. Die Gewinnung fester haltbarer Hydrosulfitpräparate ist in einer großen Anzahl von Patenten beschrieben.³ Die für den Ätzdruck so wichtigen Verbindungen des Hydrosulfits mit Aldehyden sind jedoch für unseren Zweck nicht geeignet, da ihre Reduktionskraft erst bei relativ hoher Temperatur zur Geltung kommt. Nach dem englischen Patent 5867 (1903) entzieht Bisulfit dem Formaldehydhydrosulfit den Formaldehyd und Natriumhydrosulfit wird wieder gebildet.



»Aus dieser Reaktion — sagt Balzen⁴ — geht hervor, daß Formaldehyd in saurer Lösung zum Bisulfit gewissermaßen eine größere Verwandtschaft hat als zum hypothetischen Natriumsulfoxylat, während er in alkalischer Lösung sich mit den Elementen des Natriumsulfoxylats, nicht aber mit Sulfit, verbindet.« Es wurde nun versucht, Formaldehydhydrosulfit als

¹ L. c., I, 8, II, 59.

² Z. f. Farbenindustrie, VIII, 121 (1909).

³ Jellinek, I, 41, II, 154.

⁴ Ber., 38, 1066 (1905).

Titerflüssigkeit zu verwenden. Die zu bestimmende Substanz wurde in saurer Lösung mit Natriumsulfit versetzt. Es wurde z. B. eine $n/_{10}$ -Lösung von Hydrosulfit NF konzentriert hergestellt und die zu titrierende Flüssigkeit, eine Ferriammonsulfatlösung, mit Natriumbisulfit und Essigsäure versetzt. Die Reaktion verläuft jedoch selbst beim Erwärmen träge.

Nach dem D. R. P. 175582 (1903) von Kapff wird Hydrosulfit aus Bisulfit und Ameisensäure erzeugt. Es wurde nun einerseits Ameisensäure, andererseits Bisulfit als Titerflüssigkeit zu verwenden versucht und die zu titrierende Substanz mit Bisulfit, beziehungsweise Ameisensäure versetzt. Jedoch gaben auch diese Versuche keine brauchbaren Resultate.

In dem D. R. P. 162875 (1904) ist ein Verfahren zur Herstellung haltbarer Hydrosulfitverbindungen aus Hydrosulfiten und Ketonen angegeben. Diese Verbindungen sind wegen ihrer leichteren Zersetzlichkeit im Vergleiche zu den Form-aldehydverbindungen für die Färberei und Druckerei nur von geringer Bedeutung. Für unseren Zweck haben sie aber den Vorteil, schon in der Kälte reduzierend zu wirken. Nach verschiedenen Versuchen fand ich auch, daß man durch Zusatz von Aceton und Ammoniak eine als Titerflüssigkeit gut geeignete Hydrosulfitlösung erhalten kann. Dieselbe ist bei Anwendung gewisser Vorsichtsmaßregeln genügend haltbar und reduziert bei Einhaltung gewisser Bedingungen quantitativ. Als beste Zusammensetzung dieser Hydrosulfitlösung wurde folgende gefunden:

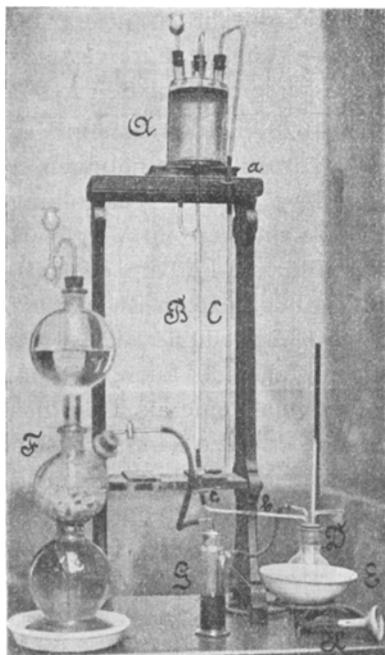
- 1 l Wasser,
- 10 g Hydrosulfit, konz. B. A. S. F. Pulver,
- 15 cm^3 Aceton,
- 35 cm^3 Ammoniak (spezifisches Gewicht 0·91).

Schon Specht und Lorenz¹ zogen bei ihrer Tanninbestimmung eine Ammoniumhydrosulfitlösung der besseren Haltbarkeit wegen einer Natriumhydrosulfitlösung vor. Ferner

¹ Chem. Ztg., 1900, p. 170; 1901, p. 5.

fanden A. Lumière¹ und L. Seyewetz, daß Ammoniak und Methylamin am besten konservierend auf Hydrosulfit wirken, ohne ihm das Reduktionsvermögen bei Zimmertemperatur zu nehmen.

Die so hergestellte Titerflüssigkeit wird in die Flasche *A* gefüllt und mit einer Schicht Paraffinöl bedeckt. Das Füllen der Bürette *B* geschieht durch Öffnen des Quetschhahnes *a*



durch das Rohr *C* von unten aus. Die Titerflüssigkeit ist in der Bürette mit Toluol bedeckt. Der Titrierkolben *D* ist mit einem vierfach durchbohrten Stöpsel verschlossen. Die Verbindung desselben mit der Bürette geschieht durch das zweimal rechtwinkelig gebogene Rohr *b*, das mit dem einen, in eine Spitze ausgezogenen Ende durch eine Bohrung des Stöpsels hin-

¹ Bull. soc. chim. (3), 33, 931—944 (1903).

durchführt. Durch die zweite Bohrung ist ein Thermometer gesteckt. In der dritten und vierten Bohrung befinden sich rechtwinkelig gebogene Rohre zur Zu- beziehungsweise Ableitung von Kohlensäure, die in dem Kipp *F* entwickelt wird und durch eine mit einer sauerstoffabsorbierenden Flüssigkeit gefüllten Waschflasche *G* geht. Zur Absorption des Sauerstoffes kann man die Titerflüssigkeit selbst verwenden. Dieselbe wird jedoch bald unwirksam; besser ist eine mit Ammonkarbonat alkalisch gemachte Ferrosulfatlösung, der man zwecks Verhinderung von Niederschlägen Seignettesalz zusetzt. [Der Titrierkolben steht auf einem Wasserbad *E*, welches durch den Brenner *H* erwärmt wird. Titriert wird durch Öffnen des Quetschhahnes *c*.

Der Titer wird mit einer Ferriammoniakalaunlösung oder besser einer Lösung von Mohr'schem Doppelsalz,¹ das man unter Zusatz von Schwefelsäure mit einer $n/10$ Kaliumpermanganatlösung oxydiert, gestellt. Es ist zweckmäßig, 1 bis 2 l einer solchen Eisensalzlösung herzustellen und vor jeder Versuchsreihe den Titer mit je 30 cm^3 dieser Lösung, die ungefähr 2 g Eisen im Liter enthält, zu kontrollieren. Den Eisengehalt bestimmt man gewichts- oder maßanalytisch. Die Titration wird in der Kälte unter Zusatz einiger Tropfen einer Rhodan-ammonlösung ausgeführt. Das Zufließenlassen der Hydrosulfitlösung muß langsam in Absätzen unter häufigem Umschütteln geschehen, um derselben Zeit zum Einwirken zu lassen. Bei der Titration in der Kälte und in saurer Lösung ist das bei der Oxydation des Hydrosulfits gebildete Bisulfit, beziehungsweise die schwefelige Säure ohne Einfluß auf das Ferrisalz. Man kann nämlich die Titration beliebig unterbrechen und nach einer viertel bis halben Stunde zu Ende führen, ohne daß sich das Resultat ändert. Anders ist es in der Wärme; schon beim schwachen Erwärmen bekommt man zu niedrige Resultate. Wie sich der Titer mit der Zeit ändert, ist aus folgendem ersichtlich.

¹ Knecht, Ber., 36, 1551 (1903).

	Kubikzentimeter Ferrisalzlösung	Verbrauchte Kubikzentimeter Hydrosulfitlösung	Titer
18. April	30	14·7	0·0041706
19. »	30	14·5	0·004228
22. »	30	14·9	0·0041146
23. »	30	14·95	0·0041008
24. »	30	14·95	0·0041008
26. »	30	15·13	0·0040386
27. »	30	15·15	0·0040415
30. »	30	15·18	0·0040382
2. Mai	30	15·25	0·0040201
3. »	30	15·3	0·004007

Der Gehalt der Ferrisalzlösung wurde nach Reinhardt bestimmt; es enthielten $30 \text{ cm}^3 = 0\cdot0613088 \text{ g Fe}$.

Eine andere Hydrosulfitlösung ergab:

	Kubikzentimeter Ferrisalzlösung	Verbrauchte Kubikzentimeter Hydrosulfitlösung	Titer
4. Mai	30	13·4	0·0045796
7. »	30	13·3	5·0046037
8. »	30	13·5	0·0045355
10. »	30	13·5	0·0045355
13. »	30	13·55	0·0045188
20. »	30	13·85	0·0044209
21. »	30	13·95	0·004382
22. »	30	14·05	0·0043579
23. »	30	14·2	0·0043119
24. »	30	14·35	0·0042669
30. »	30	14·4	0·004252
31. »	30	14·68	0·004171
4. Juni	30	14·7	0·004165

30 cm^3 Ferrisalzlösung enthielten 0·06123 g Fe. Wie aus obigem zu ersehen ist, ergibt sich pro Tag eine Titerabnahme von ungefähr 0·00001 g, was 0·04 g Hydrosulfitlösung entspricht.

Zur Feststellung des quantitativen Verlaufes der Reaktion wurde eine Reihe chemisch reiner Farbstoffe, und zwar zunächst Azofarbstoffe, dann Farbstoffe, die eine Leukoverbindung geben, und schließlich Nitrofarbstoffe verwendet. Es zeigte sich, daß man nach dieser Methode auch letztere ohne weiteres titrieren kann.

Azofarbstoffe.

Azokörper werden mit wenig Ausnahmen durch Hydrosulfit glatt in die Komponenten gespalten.¹ H. Franzen und P. Stieldorf² haben den Reaktionsverlauf quantitativ untersucht und gefunden, daß dabei das Natriumhydrosulfit in Natriumbisulfit übergeht und kein Sulfat gebildet wird.

Von den Farbstoffen wurden meist Lösungen von 2 g im Liter hergestellt und von diesen Lösungen 25, 50 oder 100 cm^3 in den Titrierkolben gefüllt. Hierauf setzt man Weinsäure hinzu, und zwar für 50 cm^3 Farblösung von obiger Konzentration 10 cm^3 einer 20prozentigen Weinsäurelösung und kocht einige Minuten. Dies ist, um genaue Resultate zu erhalten, notwendig. Es wird nämlich dadurch der in der Lösung enthaltene Sauerstoff entfernt. Dann bringt man den Kolben auf das Wasserbad E und läßt im Kohlensäurestrom bis auf 70 bis 80° C. abkühlen. Diese Temperatur trachtet man während der Titration einzuhalten.

Orange G R X (B. A. S. F.).

Der Wassergehalt wurde mittels Vakuumtrockenschrank bei 100° C. bestimmt und zu den Analysen³ lufttrockene Substanz verwendet.

¹ Grandmougin, Journ. f. prakt. Chem. (2), 76, 124—142 (1906).

² Journ. f. prakt. Chemie (2), 79, 582—568 (1909).

³ Die Verbrennungen, Stickstoff- sowie Wasserbestimmungen wurden in Gemeinschaft mit Herrn H. Salvaterra ausgeführt. Monatshefte für Chemie (wird erst veröffentlicht). Dort befinden sich auch Bestimmungen der gleichen Farbstoffe mit $TiCl_3$ nach Knecht.

Wassergehalt: $3 \cdot 02\%$.

$0 \cdot 4625$ g Farbstoff gaben $0 \cdot 9024$ g CO_2 und $0 \cdot 1448$ g H_2O .

$0 \cdot 4416$ g Farbstoff gaben $28 \cdot 2$ cm^3 N bei $19 \cdot 5^\circ$ C. und 755 mm.

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für $\text{C}_{16}\text{H}_{11}\text{O}_4\text{N}_2\text{SNa}$ Mol. Gew. 350
C.....	54·87	54·85
H.....	3·24	3·14
N.....	7·6	8·0

a) 50 cm^3 Farbstofflösung (2 : 1000) verbrauchten $14 \cdot 75$ cm^3 Hydrosulfitlösung vom Titer $0 \cdot 00434$:

gefunden	$0 \cdot 1002$ g
gegen.....	$0 \cdot 1$ g
daher	$100 \cdot 2\%$

b) 100 cm^3 Farbstofflösung (2 : 1000) verbrauchten $29 \cdot 5$ cm^3 Hydrosulfitlösung (Titer wie oben):

gefunden	$0 \cdot 2004$ g
gegen.....	$0 \cdot 2$ g
daher	$100 \cdot 02\%$

Orange G (B. A. S. F.).

Wassergehalt: $11 \cdot 03\%$.

$0 \cdot 3073$ g Farbstoff gaben $0 \cdot 4209$ g CO_2 und $0 \cdot 0979$ g H_2O .

$0 \cdot 3422$ g Farbstoff gaben $15 \cdot 9$ cm^3 N bei 18° C. und 757 mm.

$0 \cdot 3256$ g Farbstoff gaben $0 \cdot 2979$ g BaSO_4 .

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für $\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{O}_7\text{N}_2\text{S}_2\text{Na}$ Mol. Gew. 452
C.....	41·96	42·28
H.....	2·32	2·21
N.....	6·09	6·19
S.....	14·11	14·15

a) 25 cm^3 Farbstofflösung (2 : 1000) verbrauchten 5·4 cm^3 Hydrosulfitlösung vom Titer 0·0045796:

gefunden..... 0·0499 g
 gegen 0·05 g
 daher..... **99·8** $^{0}_{10}$

b) 50 cm^3 Farbstofflösung (2 : 1000) verbrauchten 10·75 cm^3 Hydrosulfitlösung (Titer wie oben):

gefunden..... 0·0993 g
 gegen 0·1 g
 daher..... **99·34** $^{0}_{10}$

Krystallponceau 6 B (B. A. S. F.).

Wassergehalt: 11·02 $^{0}_{10}$.

0·4513 g Farbstoff gaben 18·8 cm^3 N bei 16·5° C. und 748 mm .

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für $C_{20}H_{12}O_7N_2S_2Na$ Mol. Gew. 502
N	5·43	5·57

a) 25 cm^3 Farbstofflösung (2 : 1000) verbrauchten 5·54 cm^3 Hydrosulfitlösung vom Titer 0·0040415:

gefunden..... 0·05014 g
 gegen 0·05 g
 daher..... **100·28** $^{0}_{10}$

b) 50 cm^3 Farbstofflösung (2 : 1000) verbrauchten 11·07 cm^3 Hydrosulfitlösung (Titer wie oben):

gefunden..... 0·100215 g
 gegen 0·1 g
 daher..... **100·21** $^{0}_{10}$

Echtscharlach P X (B. A. S. F.).

Wassergehalt: 3·37 $^{0}_{10}$.

0·5469 g Farbstoff gaben 56·5 cm^3 N bei 17° C. und 745 mm .

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für $C_{29}H_{15}O_4N_4SNa$ Mol. Gew. 454
N	12·41	12·33

Dieser Farbstoff ist in Wasser sehr schwer löslich, daher wurde keine Lösung hergestellt, sondern direkt eingewogen.

0·0609 g Farbstoff wurden in 50 cm^3 Wasser gelöst und, wie angegeben titriert.

Es wurden 17 cm^3 Hydrosulfitlösung verbraucht (Titer 0·003425):

gefunden.....	0·05906 g
gegen	0·05885 g (wasserfrei)
daher.....	100·21 $\frac{0}{10}$.

Der Umschlag ist nicht so scharf wie bei den anderen Azofarbstoffen. Man kann aber, wenn man zu Ende titriert hat, sich leicht von der Richtigkeit überzeugen durch Zusatz einiger Tropfen einer sehr verdünnten Echtscharlachlösung.

Echtponceau B (B. A. S. F.).

Wassergehalt: 11·57 $\frac{0}{10}$.

0·2689 g Farbstoff gaben 21·4 cm^3 N bei 17° C. und 749 mm.

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für $C_{22}H_{14}O_7N_4S_2Na_2$ Mol. Gew. 556
N	10·07	10·0

a) 25 cm^3 Farbstofflösung (2:1000) verbrauchten 10·05 g Hydrosulfitlösung vom Titer 0·004007:

gefunden.....	0·049976 g
gegen	0·05 g
daher.....	99·95 $\frac{0}{10}$.

b) 50 cm^3 Farbstofflösung (2 : 1000) verbrauchten 20·1 cm^3 Hydrosulfitlösung (Titer wie oben):

gefunden..... 0·09995 g
 gegen..... 0·1 g
 daher **99·95** $^0/_{10}$.

Die Temperatur von 70 bis 80° C. ist genau einzuhalten, da bei höherer Temperatur zu wenig gefunden wird; beim Einfließenlassen der Hydrosulfitlösung bei niedriger Temperatur scheidet sich aber ein flockiger Niederschlag aus.

Baumwollscharlach extra (B. A. S. F.).

Wassergehalt: 8·305 $^0/_{10}$.

0·1531 g Farbstoff gaben 12·5 cm^3 N bei 17° C. und 753 mm .

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für $C_{22}H_{14}O_7N_4S_2Na$ Mol. Gew. 560
N	10·15	10·0

a) 25 cm^3 Farbstofflösung (1 : 1000) verbrauchten 5 cm^3 Hydrosulfitlösung vom Titer 0·004007.

gefunden..... 0·025044 g
 gegen 0·025 g
 daher..... **100·17** $^0/_{10}$.

b) 50 cm^3 Farbstofflösung (1 : 1000) verbrauchten 9·95 cm^3 Hydrosulfitlösung (Titer wie oben):

gefunden..... 0·049835 g
 gegen 0·05 g
 daher..... **99·67** $^0/_{10}$.

Nitrofarbstoffe.

Die Nitrogruppe wird durch Hydrosulfit zur Amidogruppe reduziert.¹ Die Reduktion erfolgt nicht so rasch wie bei den Azofarbstoffen und es ist daher hier besonders auf ein langsames Zusetzen der Titerflüssigkeit zu sehen. Der Umschlag ist nicht besonders scharf, läßt sich aber sehr gut erkennen, wenn man gegen Ende der Titration, welches sich durch Übergang der gelben Farbe der Farbstofflösung in Rot zu erkennen gibt, 0·5 cm^3 einer Indigolösung zusetzt. Den Wirkungswert der Indigolösung muß man bestimmen und bei der Berechnung berücksichtigen. Im übrigen erfolgt die Titration wie bei den Azofarbstoffen.

Martiusgelb (B. A. S. F.).

Der Wassergehalt wurde hier, da der Farbstoff flüchtig ist, durch Trocknen im Vakuumexsikkator über konzentrierter Schwefelsäure bestimmt.

Wassergehalt: 24·20/10.

0·3188 g Farbstoff gaben 22·9 cm^3 N bei 15° C. und 746 mm.

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für (C ₁₀ H ₅ O ₅ N ₉) ₂ Ca Mol. Gew. 506
N	11·02	11·07

50 cm^3 Farbstofflösung (0·2013 : 1000) verbrauchten 6·4 cm^3 Hydrosulfitlösung vom Titer 0·004156:

gefunden.....	0·010016 g
gegen	0·010065 g
daher.....	99·5 0/10.

¹ P. Goldberger, Chem. Zentralbl., 1900, I, 1014; P. Aloy, A. Frebaut und A. Rabaut, Chem. Zentralbl., 1905, I, 1602 und II., 229; F. Gaeb, Ber., 32, 232 (1899); Grandmougin, Journ. f. prakt. Chem., l. c.

Naphtolgelb S. (B. A. S. F.).Wassergehalt: 6.82% .0.30305 g Farbstoff gaben 18.5 cm^3 N bei 17° C. und 736 mm.

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für $\text{C}_{10}\text{H}_4\text{O}_8\text{N}_2\text{SNa}$ Mol. Gew. 358
N	7.46	7.82

10 cm^3 Farbstofflösung (4 : 1000) verbrauchten 17.4 cm^3 — 0.1 cm^3 (für Indigo zugesetzt) = 17.3 cm^3 Hydrosulfitlösung vom Titer 0.0043579 :

gefunden	0.04016 g
gegen	0.04 g
daher	100.4%

Triphenylmethanfarbstoffe.

Die Triphenylmethanfarbstoffe werden durch Hydrosulfit in ihre farblosen Leukoverbindungen verwandelt.¹

Nach mehreren Versuchen wurde gefunden, daß man am besten bei Zusatz von 25 cm^3 einer 20prozentigen Seignettesalzlösung² und 1 cm^3 verdünnter Salzsäure zu 50 cm^3 Farbstofflösung 2 : 1000, titriert. Bei anderer Farbstoffkonzentration muß man natürlich mehr oder weniger Seignettesalz zusetzen, den Salzsäuregehalt jedoch zu erhöhen, ist, wie ich fand, nicht gut. Sonst wird wieder, wie bei den Azofarbstoffen angegeben, verfahren.

Malachitgrün (Höchst).

Der Stickstoff wurde bei den Triphenylmethanfarbstoffen nach Kjeldahl bestimmt.

¹ O. Fischer und A. Fritzen, Journ. f. prakt. Chem. (2) 79, 562 bis 568 (1900).

² Knecht und Hibbert, Ber., 38, 3319 (1905).

1·6170 g Farbstoff verbrauchten 6·86 cm³ H₂SO₄ (1 cm³ H₂SO₄ = 0·01606 g NH₃).

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für 2 C ₂₃ H ₂₄ N ₂ + 3 C ₂ H ₂ O ₄ + 2 H ₂ O Mol. Gew. 962
N	5·61	6·04

100 cm³ Farbstofflösung (1 : 1000) verbrauchten 5·15 cm³ Hydrosulfittlösung vom Titer 0·0045355:

gefunden.....	0·1003 g
gegen	0·1 g
daher	100·3⁰/₁₀

Wurden bloß 50 cm³ Farbstofflösung angewandt, so wurde ein zu hohes Resultat erhalten.

p-Fuchsin (Höchst).

Wassergehalt: 18·3⁰/₁₀ gefunden, gegen 18·2⁰/₁₀ berechnet für 4 Moleküle Krystallwasser.

0·8451 g Farbstoff verbrauchten 6·99 cm³ H₂SO₄ (1 cm³ H₂SO₄ = 0·01606 g NH₃).

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für C ₁₉ H ₁₈ N ₃ Cl Mol. Gew. 323·5
N	10·96	10·62

a) 25 cm³ Farbstofflösung (2·27 : 1000) verbrauchten 4·35 cm³ Hydrosulfittlösung vom Titer 0·0044209:

gefunden.....	0·05684 g
gegen	0·05675 g
daher	100·16⁰/₁₀

b) 50 cm^3 Farbstofflösung (2·27 : 1000) verbrauchten 8·73 cm^3 Hydrosulfitlösung (Titer wie oben):

gefunden..... 0·11407 g
 gegen 0·1135 g
 daher..... **100·5** $\frac{0}{10}$.

Krystallviolett (Höchst).

Wasserfreie Krystalle.

0·3930 g Farbstoff verbrauchten 7·31 cm^3 H_2SO_4 (1 cm^3 H_2SO_4 = 0·020 g NH_3).

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für $C_{25}H_{30}N_3Cl$ Mol. Gew. 535·5
N	10·62	10·33

50 cm^3 Farbstofflösung (1 : 1000) verbrauchten 3·1 cm^3 Hydrosulfitlösung vom Titer 0·0044209:

gefunden..... 0·049801 g
 gegen 0·05 g
 daher..... **99·6** $\frac{0}{10}$.

Die Untersuchungen werden fortgesetzt und sollen auf andere Farbstoffe, insbesondere Indigo ausgedehnt werden. Es soll auch versucht werden, gefärbte Fasern sowie Farbflotten zu titrieren. Ferner ist das Studium des Verhaltens von Peroxyden (Bleichmittel) auf Natriumhydrosulfit in Aussicht genommen.

Seiner Magnifizenz Herrn Prof. Dr. W. Suida spreche ich für die rege Anteilnahme, die er meiner Arbeit entgegenbrachte, meinen wärmsten Dank aus.