

feinen Schnitzeln oder dergl. gefüllt und sodann in bekannter Weise mit Kühler und Alkohol enthaltendem Kolben verbunden und letzterer erwärmt, so füllt sich das Auslaugefass allmählich mit Spiritus. Die Flüssigkeit steigt in dem seitlich angebrachten, oben offenen Glasrohr *B* in die Höhe und fließt schliesslich durch das enge Glasröhrchen (*C*) in das Destillirkölbchen zurück. Damit die Spiritusdämpfe den Weg nur allein durch *D* nehmen und von hier in den Kühler gelangen, und nicht etwa zum kleinen Theil durch *C* und *D* uncondensirt entweichen, ist das enge Röhrchen *C* schleifenförmig gebogen. Die hier stets zurückbleibende geringe Menge Flüssigkeit bewirkt sicheren Abschluss.

Es leuchtet ein, dass die Höhe, bis zu welcher sich das Auslaugegefäss *A* mit Spiritus füllen kann, bestimmt wird durch den oberen Punkt des Röhrchens *C*. Ein zeitweiliges vollständiges Abhebern des Alkohols und die damit verbundene Unregelmässigkeit des Siedens, wie sich dieses in störender Weise bei dem *Szombathy-Soxhlet'schen* Apparate bemerkbar macht, kann hier natürlich nicht eintreten. Der condensirte Spiritus tropft oben auf den Rübenbrei auf und die alkoholische Zuckerlösung wird nach unten verdrängt. Es ist sehr wesentlich, dass die beschriebene Ein-

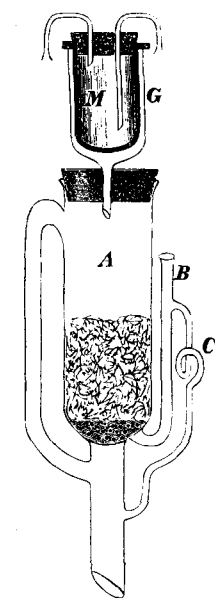


Fig. 108.

richtung des Apparates es gestattet, jederzeit prüfen zu können, ob die Extraction beendet ist oder noch fortgesetzt werden muss. Man braucht nur mittels eines engen Glasröhrchens oder einer kleinen Pipette in das an den Extractionskörper angeblasene weite Glasrohr *B* einzutauchen und wenige Tropfen Spiritus zu entnehmen. Diese werden in einem Reagirglase mit etwas Wasser und einigen Tropfen einer alkoholischen Lösung von  $\alpha$ -Naphtol versetzt und sodann concentrirte Schwefelsäure hinzugefügt. Tritt nur noch nach einiger Zeit eine schwache Rosafärbung auf, so kann man die Extraction als beendet betrachten und die Destillation unterbrechen. Um nun die in dem Extractionsrohr noch befindliche Menge Alkohol in den Destillirkolben zu bekommen,

braucht man nur mit dem Finger oder einem Stopfen das oben offene Glasrohr *B* zu schliessen; sofort hebert die gesammte Flüssigkeit aus *A* durch *C* in den Kolben über.

Zum Schlusse noch einige Worte über die für die Extractionsapparate dieser Art geeignetsten Rückflusskühler.

Meist im Gebrauche und auch in fast allen Lehrbüchern für diesen Zweck empfohlen und abgebildet ist der Liebig'sche Kühler. Derselbe muss jedoch, wenn der ganze Apparat die nöthige Stabilität haben soll, durch eine besondere Klammer festgehalten werden. Dadurch aber erlangt die ganze Zusammenstellung eine unbequeme Höhe und die einzelnen Theile zu geringe Beweglichkeit; die Stange der gewöhnlichen Laboratoriumsstative ist hierfür viel zu kurz. Weit besser als der Liebig'sche Kühler bewährt sich der Soxhlet'sche Metallkühler, der durch keine Klammer gehalten zu werden braucht und ganz ausgezeichnet kühlt. Vorzüglich geeignet für diesen Zweck ist ferner der Walther'sche Rückflusskühler (Dingl. 251, 367), der in etwas abgeänderter Form hier im Laboratorium für die Extractionsapparate im Gebrauche ist. In dem unten verjüngten und durch Kork mit dem Extractionsrohr verbundenen Glasrohr hängt, mit dem umgebogenen Rande auf der Glaswandung aufliegend, ein einseitig geschlossenes dünnwandiges Messingrohr, welches durch Glasröhren, die durch Gummikork mit dem Metallrohre verbunden sind, das Kühlwasser empfängt. An der kalten Metallfläche werden die Alkoholdämpfe ausserordentlich schnell condensirt und tropfen durch das Glasrohr in den Extractionskörper zurück.

Der beschriebene Apparat dürfte auch noch für andere als Rübenbreiextraktionen von Werth sein.

Zu beziehen ist derselbe von der Firma Fr. Timme & Comp., Braunschweig.

## Zur Bestimmung des Kaliums als Perchlorat.

Von

Dr. W. Wense.

Im vorigen Jahrgange dieser Zeitschrift (S. 691) hatte ich gezeigt, wie die Methode der Bestimmung des Kaliums mittels Perchlorsäure, welche von den Chemikern immer wieder als unbrauchbar bei Seite gelegt war, durch eine kleine Abänderung der ursprünglichen Arbeitsweise zu einem sehr genauen

und bequemen Verfahren wird. Diese Abänderung bestand im Zusatze einer geringen Menge Perchlorsäure zu dem Alkohol, der zur Trennung des Kaliumperchlorates von den übrigen Perchloraten dient. Im Folgenden theile ich über diese Methode, welche sich bei einer fünfmonatlichen Anwendung im hiesigen Laboratorium sehr gut bewährt hat, noch einige weitere Erfahrungen mit.

Um das Kaliumperchlorat möglichst leicht auswaschen zu können, ist es wichtig, dass man dasselbe in der richtigen Form, nämlich recht grobkörnig, erzeugt. Man erreicht dieses, indem man die zu verdampfende, Kalium enthaltende Lösung vor dem Zusatz von Perchlorsäure, welcher tropfenweise erfolgen muss, erst auf dem Wasserbade erwärmt, damit nicht die Hauptmenge des Kaliumperchlorats sofort beim Zusatz der Säure als feiner Schlamm ausfällt. Aus demselben Grunde empfiehlt es sich, solche Lösungen, welche viel freie Salzsäure enthalten, wie man sie z. B. bei der Analyse hochprocentiger Sulfate erhält, behufs Verjagung der Salzsäure zunächst ohne Überchlorsäure zur Trockne zu verdampfen, dann den Rückstand mit etwas Wasser wieder zu lösen und darauf erst die Überchlorsäure hinzuzufügen. Man wendet vortheilhaft in allen Fällen etwa das  $1\frac{1}{2}$ - bis  $1\frac{3}{4}$ -fache derjenigen Menge von Überchlorsäure an, welche gerade zur Zersetzung der vorhandenen Salze genügen würde. Bei Beobachtung dieser Regeln ist es möglich, die Arbeit so sehr zu beschleunigen, dass man bei Anwendung einer gut wirkenden Saugfiltrirvorrichtung in einer Stunde bequem die Niederschläge von 10 bis 12 Analysen fertig auswaschen und auf das Filter bringen kann.

Unter den Beleganalysen der ersten Abhandlung finden sich solche, welche Carnalliterückstand betreffen. Wenn man bei der Kalibestimmung des letzteren das Ausfällen der Schwefelsäure vermeiden will, so kann man folgenden Weg einschlagen: Verdampfen der Lösung mit soviel Perchlorsäure, dass sämtliche Chloride zersetzt werden, Auswaschen mit Alkohol, Lösen des Rückstandes mit heissem Wasser auf dem Filter, Verdampfen der Lösung in einer Platinschale, Glühen des rückständigen Salzes zur Zersetzung des Perchlorats und Bestimmen des gebildeten Chlorkaliums durch Titiren mit Silberlösung.

Es wurden z. B. aus einer Lösung von 0,4 g Chlorkalium, 12 g Chlornatrium, 12,5 g Bittersalz und 250 cc Gypswasser zu einem halben Liter 25 cc in der angegebenen Weise behandelt. Gefunden: 22 mg Chlorkalium statt 20 mg.

Beim Vergleich der Perchlorsäure- mit der Platinchloridmethode hat sich folgendes ergeben: Die erstere beansprucht zwar zu ihrer Ausführung etwa dieselbe Zeitdauer, wie die letztere, verlangt aber beträchtlich weniger Arbeit, weil man bei der Untersuchung von Schwefelsäure enthaltenden Salzen die Ausfällung der Schwefelsäure mit einem Überschuss von Chlorbaryum vornehmen kann, weil man ferner beim Eindampfen der Kalisalzlösung mit Perchlorsäure nicht sorgfältig einen gewissen Zeitpunkt für die Beendigung des Verdampfens zu beobachten braucht und schliesslich, weil das Auswaschen des Kaliumperchlorats sehr schnell von Statten geht. Man kann z. B. in einem Zeitraum von 4 Stunden ohne Anstrengung 13 bis 14 Kalibestimmungen in Kainit und anderen Sulfaten mit grösster Genauigkeit ausführen.

Ferner stellt sich die Perchloratmethode billiger als das Platinverfahren, weil sich der benutzte Alkohol durch Destillation über gebranntem Kalk ziemlich vollständig und rein wiedergewinnen lässt, und weil die Anwendung des theuren Platins vermieden wird. Die Bereitung der Perchlorsäure ist nicht kostspieliger oder schwieriger als die Aufarbeitung der Platinreste. Ein Laboratorium, welches jährlich 5000 Kalibestimmungen ausführt, würde dafür, selbst wenn es die einmal benutzte Perchlorsäure nicht wieder gewänne, nur etwa 20 k Kaliumchlorat und die gleiche Menge Schwefelsäure gebrauchen.

Westeregeln, April 1892.

### Maassanalytische Bestimmung der Schwefelsäure in schwefelsauren Salzen.

Von

Dr. E. Stolle.

Beim Titiren von Schwefelsäure in schwefelsauren Salzen mit Chlorbaryumlösung ohne Indicator ist es — besonders bei trüben Lösungen — sehr schwer, den Endpunkt der Ausfällung zu erkennen, weshalb Wildenstein (Z. anal. 1, 323) mit einem Überschuss von Chlorbaryum fällt und das überschüssig zugesetzte Chlorbaryum mit einer Lösung von chromsaurem Kali zurücktitirt, bis ein lichtgelber Farbenton der Lösung anzeigt, dass alles überschüssige Chlorbaryum als chromsaurer Baryt gefällt ist.

Precht (Z. anal. 18, 521) modificirt diese Methode dahin, dass er chromsaures Kali im