

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 anwärmst, 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 hochprozentiger 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 Saugfiltrvorrichtung 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 Carnallitlöserückstand 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 sämmtliche Chloride zersetzt werden, Auswaschen mit Alkohol, Lösen des Rückstandes mit heißem Wasser auf dem Filter, Verdampfen der Lösung in einer Platinsschale, Glühen des rückständigen Salzes zur Zersetzung des Perchlorats und Bestimmen des gebildeten Chlorkaliums durch Titration 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 gewinne, 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 zurücktitrit, bis ein lichtgelber Farbenton der Lösung anzeigt, dass alles überschüssige Chlorbaryum als chromsaurer Baryt gefällt ist.

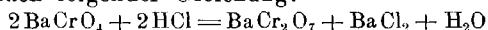
Precht (Z. anal. 18, 521) modifiziert diese Methode dahin, dass er chromsaures Kali im

Überschuss zusetzt und den Überschuss mit einer Eisenoxydulsalzlösung zurücktitriert. Nachtheilig bei dieser zu den genauesten Bestimmungen anwendbaren Methode ist der Umstand, dass drei titrirtre Lösungen nothwendig sind.

Auf Veranlassung von Herrn Dr. Precht habe ich versucht, die Methode so zu vereinfachen, dass man nur eine titrirtre Lösung, nämlich die des Eisenoxydulsalzes nöthig hat.

Die zu Grunde liegenden Reactionen sind folgende:

Chromsaurer Baryt löst sich in Salzsäure nach folgender Gleichung:



Aus dieser salzauren Lösung fällt Ammoniak die Gesammtmenge der Chromsäure als neutralen chromsauren Baryt wieder aus. Versetzt man nun die Lösung eines schwefelsauren Salzes mit einer salzauren Lösung von chromsaurem Baryt, so fällt die Gesammtmenge der Schwefelsäure als schwefelsaurer Baryt nieder. Neutralisirt man nun mit Ammoniak, so fällt nur eine dem noch in Lösung befindlichen Baryum entsprechende Menge chromsaurer Baryt aus, während der Rest Chromsäure in Lösung bleibt. Die in Lösung gegangene Chromsäure ist daher direct ein Maass für die vorhandene Schwefelsäure.

Man gelangt so zu folgender Arbeitsweise:

Man löst eine bestimmte Menge Substanz im 500 cc-Kolben und lässt, vortheilhaft aus einer Bürette, eine beliebige zur Ausfällung der Schwefelsäure hinreichende Menge Baryumchromatlösung zufliessen, wobei ein grosser Überschuss des Fällungsmittels zu vermeiden ist. Man übersättigt mit Ammoniak, füllt unter event. Berücksichtigung der Menge des Niederschlages bis zu einem bestimmten Volum mit Wasser auf, filtrirt und titrirt in einem Theile des Filters nach dem Ansäuern mit Schwefelsäure die Chromsäure mit Eisenoxydullösung unter Anwendung von rothem Blutlaugensalz als Indicator.

Wie aus den angeführten Beleganalysen hervorgeht, ist es nicht nöthig, die Lösung beim Ausfällen zum Sieden zu erhitzen, falls nicht ein Erhitzen zur Beschleunigung und Vollständigkeit der Lösung des schwefelsauren Salzes nothwendig oder zweckmässig erscheint. Hat man mehrere Bestimmungen nebeneinander zu machen und arbeitet man in der Kälte, so dauert eine Schwefelsäurebestimmung höchstens 5 bis 10 Minuten.

Die Baryumchromatlösung bereitet man in der Weise, dass man eine Chlorbaryumlösung heiss mit einem geringen Überschusse

einer Lösung von chromsaurem Kali fällt und den Überschuss der Chromsäure mit ein paar Tropfen Chlorbaryumlösung beseitigt. Man wäscht den sich leicht absetzenden Niederschlag mit heissem Wasser durch mehrmaliges Decantiren aus und löst den Niederschlag in Salzsäure. Man verdünnt die salzaure Lösung zweckmässig bis auf 1,06 spec. Gew.

Die Methode ist anwendbar für alle in Wasser, bez. Salzsäure löslichen schwefelsauren Salze, die auf Chromsäure nicht einwirken. Die mit den verschiedenartigsten Substanzen ausgeführten Titrirungen ergeben Zahlen, die mit den durch Gewichtsanalyse erhaltenen gut übereinstimmen.

	Titirt	Gewichtsanalytisch
Reines Kaliumsulfat heiss gefällt (Mittel von 10 Titrirungen)	45,78	45,95
Reines Kaliumsulfat kalt gefällt (Mittel von 5 Titrirungen)	45,85	
Steinsalze verschiedenen Ursprungs:		
1)	0,67	0,66
2)	{ 0,947	—
3)	{ 0,953	1,01
4)	0,75	0,77
5)	0,70	0,63
6)	0,65	0,67
7)	0,876	0,870
8)	0,90	0,93
9)	{ heiss 0,90 kalt 0,865	— 0,89
Fabrikationslauge:		
1)	1,62	1,54
2)	4,08	4,0
3)	0,83	0,79

Neustassfurt, März 1892.

Neuer Universal-Gasbrenner.

Nach

Prof. Dr. Teclu.

Von den vielen in letzter Zeit beschriebenen neuen Gasbrennern dürfte der durch beistehende Figur veranschaulichte, construit von Prof. Dr. Teclu in Wien, die erste Stelle einnehmen. (Vgl. Fig. 109.)

Die Brennerröhre hat am unteren Ende eine trichterförmige Erweiterung. In der Mitte befindet sich eine Schraubenmutter, die an der innern Trichterwand befestigt und auf die lothrecht gestellte hohle Schraubenspindel aufgeschraubt ist; aus dem oberen Ende dieser Röhre strömt das Gas in die Brennerröhre. Unter dem Trichterrande, auf der Schraubenspindel aufgeschraubt, befindet sich ferner eine auf- und abdrehbare kreisrunde Platte; die Schraubenspindel selbst, welche im Fusse des Brenners befestigt ist, hat am untern Ende 2 seitliche Öffnungen: