

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1895. Heft 9.

Über die Bestimmung des Paraffins im Rohanthracen.

Von

Fr. Heusler und Jos. Herde.

Die folgende Methode zur Bestimmung des Paraffins im Rohanthracen beruht auf der Beobachtung, dass sämtliche Bestandtheile des Rohanthracens, mit Ausnahme des Paraffins, in rauchender Salpetersäure löslich sind. Die von uns im Laboratorium der Theerproductenfabrik zu Erkner ausgearbeitete Methode gibt nach unseren Versuchen übereinstimmende Resultate mit der bisher üblichen Methode, erlaubt aber das Paraffin in bequemerer Weise und in kürzerer Zeit zu bestimmen.

Das Rohanthracen, mindestens 2 g, wird in ein Kölbchen von etwa 150 cc Inhalt hineingewogen und anfangs tropfenweise und unter Kühlung mit Eiswasser mit rauchender Salpetersäure — 25 cc auf 2 g Anthracen — übergossen. Nachdem alle Salpetersäure zugesetzt ist, wird bis zur vollendeten Lösung des Anthracens digerirt und sodann kurze Zeit auf dem Wasserbad erwärmt, bis alles Paraffin geschmolzen ist. Nach dem Erkalten wird das Paraffin auf einem kleinen Asbestfilter abgesaugt und mit rauchender Salpetersäure so lange nachgewaschen, bis ein Tropfen des Filtrats mit Wasser keine Trübung mehr gibt. Darauf wäscht man so lange mit Wasser, bis das Filtrat nicht mehr sauer reagirt, sodann stellt man unter das Filtrirröhrchen einen Reagircylinder und spült zunächst mit Alkohol, dann mit warmem Äther das Paraffin in diesen Cylinder. Der Alkohol wird in eine gewogene Porzellanschale gespült und auf dem Wasserbad verdunstet, sodann wird die ätherische Lösung zugegeben, der Äther an einem warmen Ort verdunstet, das hinterbleibende Paraffin bei 105 bis 110° eine halbe Stunde getrocknet und gewogen.

Zur elektrolytischen Bestimmung des Mangans.

Von

Max Gröger.

Bei der Elektrolyse von Mangansalzlösungen gelingt es nur bei Anwendung sehr geringer Manganmengen, an den Platinanoden genügend festhaftende Niederschläge von Manganhyperoxydhydrat zu erhalten. Nach Rüdorff¹⁾ hat das elektrolytisch ausgeschiedene Manganhyperoxydhydrat nach dem Trocknen bei 60° die Zusammensetzung $MnO_2 + H_2O$, welcher Angabe Classen²⁾ widerspricht und deshalb die Überführung des Hyperoxyds in Manganoxyduloxyd vorschlägt. Dass aber, wie Rüdorff dagegen geltend macht, beim Glühen des Niederschlages durch Verstäuben leicht Verluste eintreten, habe ich bestätigt gefunden.

Von der Überlegung ausgehend, dass die Wägung so geringer Niederschlagsmengen in Platinschalen mit so grosser Oberfläche, wie sie zur Elektrolyse erforderlich sind, überhaupt nicht sehr genau ausfallen kann, dass aber kleine Mengen von Hyperoxydsauerstoff mit grosser Schärfe sich jodometrisch bestimmen lassen, habe ich versucht, das elektrolytisch ausgeschiedene Manganhyperoxyd jodometrisch zu messen.

Zur Herstellung einer Manganlösung von bekanntem Gehalt wurde eine gewogene Menge reines, krystallisirtes Ammoniummanganosulfat in Wasser zu einem bestimmten Volum gelöst. Gemessene Theile dieser Lösungen (höchstens 0,04 g Mangan enthaltend) wurden mit Wasser auf etwa 100 cc verdünnt, mit 3 Tropfen verdünnter Schwefelsäure (1:10) angesäuert und durch den Strom von zwei Meidinger - Elementen (Stromdichte 0,01 bis 0,02 Ampère) bei gewöhnlicher Temperatur elektrolysirt. Nach gänzlicher Ausfällung des Mangans wurde die Platinschale mit dem Hyperoxydniederschlag wiederholt mit Wasser ausgespült, in ein tiefes Becherglas gestellt und soweit der Niederschlag reichte, mit Jodkaliumlösung gefüllt. Hierauf wurde die Lösung

¹⁾ Zeitschr. f. angew. Chemie 1892, 6.

²⁾ Ber. d. deutschen chem. Gesellschaft 1894, 2075.