

### Zur Ausfällung von Baryumsulfat mittels Chlorbaryum.

Von  
G. Lunge.

Im Journal of the American Chemical Society, Mai 1896, wiederholt Gladding seine frühere Behauptung (vgl. d. Z. 1895, 69), dass man bei der Ausfällung von Baryumsulfat die Chlorbaryumlösung äusserst langsam (1 Tropfen in der Secunde) zusetzen müsse, weil sonst grosse Fehler durch Zurückhalten von  $BaCl_2$  im  $BaSO_4$  entstünden; nach seiner letzten Mittheilung würden 0,5 Proc. Schwefel im Schwefelkies, also 1 Proc. des Schwefelgehaltes zu viel angezeigt. Obwohl ich schon früher (a. a. O.) gezeigt hatte, dass die Methode von Gladding durchaus keine anderen Ergebnisse als die gewöhnlich angewendete liefert, so wollte ich doch diesen Punkt nochmals untersuchen, um so mehr, als mich Gladding dazu bestimmt herausfordert, und sich auch auf das Urtheil „unabhängiger Chemiker“ beruft. Ich ersuchte deshalb Herrn U. Wegeli, dem die betreffende Controverse ganz unbekannt war, und den ich von meinem Standpunkte darin absichtlich nicht unterrichtete, eine Anzahl Schwefelbestimmungen mit einer und derselben gerade vorliegenden Probe von schwedischem Schwefelkies vorzunehmen. Er machte nun 3 Bestimmungen in gewöhnlicher Art, d. h. so, dass die heisse Chlorbaryumlösung unter Umrühren mit einem Glasstabe in grösseren Portionen, zusammen etwa  $\frac{1}{2}$  Minute dauernd, zugesetzt wurde (A), und 3 andere genau nach der Vorschrift von Gladding, nämlich so, dass die Chlorbaryumlösung aus einer Bürette ganz langsam, 1 Tropfen in der Secunde, in die siedende Lösung eintropfte (B). Der Schwefelgehalt kam nun wie folgt heraus, wobei alle überhaupt angestellten Versuche angeführt sind, ohne Ausschaltung der etwas mehr vom Mittel abweichenden:

39,83	39,69
39,65	39,63
39,65	39,44
Mittel 39,71	39,59

Die Mehrzahl der Versuche in beiden Serien ist also identisch, und die Abweichungen der übrigen nur so gross, dass selbst

bei Einbeziehung dieser Versuche die Mittel nur um 0,1 Proc. von einander differiren. (Bei unseren früheren Versuchen war der Unterschied noch geringer.) Man kann also mit gutem Gewissen wiederum sagen, dass die beiden Methoden für alle praktischen Zwecke ganz gleiche Resultate ergeben, und es unnöthig ist, die durch die Gladding'sche Methode bedingte Complication anzuwenden.

Zürich, Technisch-chemisches Laboratorium des Polytechnikums.

### Aus der analytischen Praxis.

Von  
P. Dobriner und Wilh. Schranz.

(Mittheilung aus dem analytischen Laboratorium der Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co.)

#### I. Zur Bestimmung des freien Anhydrids in rauchender Schwefelsäure (Oleum).

So einfach sich die Ausführung der Analyse eines Oleums gestaltet, so gehört doch die Bestimmung des freien Anhydrids in demselben mit zu den penibelsten analytischen Aufgaben. Es liegt dieses einerseits an dem Umstande, dass der Gehalt an freiem  $SO_3$  durch Differenzberechnung ermittelt wird, andererseits an der Unmöglichkeit Ablesungen an einer Bürette absolut genau zu vollziehen. Bei Anwendung von 2 g Substanz bedingt ein Plus oder Minus von nur 0,1 cc Normallauge eine Differenz von 1,1 Proc.  $SO_3$ . Zieht man nun in Betracht, dass bei der üblichen Titerstellung der Normalsäure auf reines kohlen-saures Natron unter Zuhilfenahme von Normallauge 4 Ablesungen an den Büretten erforderlich sind, bei der Einstellung der Normallauge auf die Normalsäure wiederum 4 Ablesungen, und bei der eigentlichen Titration des in Wasser gelösten Oleums 2 bez. 4<sup>1)</sup> Ablesungen nöthig sind, so ist es nicht wunderlich, wenn zwischen zwei Analytikern, die ganz unabhängig von einander arbeiten, Differenzen in der Bestimmung an freiem  $SO_3$  bis zu 1 Proc. und

<sup>1)</sup> Vergl. „Über Fehlerquellen in der Alkalimetrie.“ Diese Zeitschrift 1895, 259.