

zeigt das folgende Beobachtungsmaterial: Ich versetzte die schwefelsaure Lösung von 0,07 g Mohrschem Salz mit abgewogenen Mengen KFFH,

1)	0,07 g	Mohrsches Salz	H_2SO_4		—	gebr.	7,42	ccm	Permanganat
2)	"	"	"	+ 1 g	KFFH	"	7,38	"	"
3)	"	"	"	+ 2 g	"	"	7,38	"	"

brachte die Flüssigkeit jedes auf ca. 100 ccm und titrierte in einem Jenenser Becherglase mit Permanganat.

Man sieht hieraus zur Genüge, daß die Genauigkeit der Bestimmung durch die Anwesenheit von KFFH nicht beeinflußt wird. Auch muß ich hier erwähnen, daß das Jenenser Glas nicht die geringste Atzung nach der Titration zeigte. Soll in der Lösung noch etwa vorhandenes Titan kolorimetrisch bestimmt werden, so muß die Flußsäure vorher durch Abrauchen mit Schwefelsäure vollständig entfernt werden.

Beitrag zur Analyse des Salpeters.

Von R. BENSEMANN-Berlin.

(Eingeg. d. 21. 3. 1905.)

Der Gedanke, das Nitrat des Salpeters dadurch zu bestimmen, daß man es in Carbonat überführt und dieses einfach durch Titrieren mit Säure bestimmt, ist sehr alt, aber, wie es scheint, wenig oder gar nicht verfolgt worden. Nach mehrfachen älteren Versuchen bin ich erst in neuerer Zeit auf ein Verfahren gekommen, das mir allgemeiner Beachtung wert zu sein scheint. Ich will, ohne auf Einzelheiten meiner Versuche einzugehen, daselbe hier so darstellen, wie es für die Praxis sich gestalten würde.

Man löst den zur Analyse bestimmten Salpeter in Wasser, setzt mindestens das Doppelte seines Gewichts Oxalsäure hinzu und dampft das Ganze auf dem Dampfbade zur Trockne ein. Den Rückstand befeuchtet man mit Wasser und trocknet ihn von neuem; dies wiederholt man 1—5mal.

Der trockene Rückstand enthält nun saures Oxalat, welches durch vollständige Zersetzung des Nitrats und Chlorids entstanden ist, dazu das unverändert gebliebene Perchlorat und Sulfat. Man schmilzt denselben in einer Platinschale nieder, was bei genügender Sorgfalt ohne erhebliches Schäumen und Spritzen stattfindet, und erhält ihn schließlich noch einige Zeit in Rotglut.

Der geglühte Rückstand enthält nun Carbonat, welches aus dem ursprünglich vorhandenen Nitrat und Chlorid entstanden ist, dazu Chlorid, welches durch vollständige Zersetzung des Perchlorats entstanden ist, und unverändert gebliebenes Sulfat. Man löst ihn in Wasser.

Einen Teil der Lösung titriert man mit Säure. Die verbrauchte Säure ist äquivalent der Salpetersäure des Nitrats und dem Chlor des Chlorids zusammengenommen. Letzteres bestimmt man in üblicher Weise und bringt es entsprechend in Abzug. Es ergibt sich dann die Salpetersäure allein.

Einen anderen Teil der Lösung fällt man nach Zusatz von Salpetersäure mit Silbernitrat. Aus dem erhaltenen Silberchlorid ergibt sich das Perchlorat.

Einen dritten Teil der Lösung verwendet man zur Bestimmung des Sulfats, wenn man es nicht vorziehen will, dieselbe an dem Salpeter unmittelbar vorzunehmen.

Ob das Verfahren in jeder Hinsicht zuverlässig ist, wird sich natürlich erst aus weiteren Erfahrungen ergeben können. Für mich ist es unzweifelhaft, daß Nitrat und Chlorid durch Oxalsäure beim Eindampfen der Lösung und Trocknen des Rückstandes vollständig zersetzt und in Oxalat übergeführt werden. Ob hierbei Perchlorat wirklich vollständig unverändert bleibt, kann ich mit Bestimmtheit noch nicht sagen, weil es mir bis jetzt nicht glückte, ein für entsprechende Versuche erforderliches, zweifellos reines Perchlorat zu bekommen; nach meinen Versuchen scheint es aber in der Tat so zu sein. Daß hierbei Sulfat unverändert bleibt, ist unzweifelhaft, und versteht sich eigentlich von selbst.

Bei dem Schmelzen und Glühen des getrockneten Rückstandes könnte unter Umständen eine, natürlich zu Fehlern führende, Reduktion des Sulfats zu Sulfit oder Sulfid eintreten. Ich habe eine solche bis jetzt noch nicht beobachtet.

Eine vergleichende Analyse eines Handels-salpeters ergab: Nach der Hamburger Methode mit hinzugefügter Kalibestimmung

Na_2SO_4	$NaCl$	$KClO_4$	KNO_3	$NaNO_3$
0,17	0,50	0,63	10,04	86,69
berechnet N_2O_5				
			60,43	

und nach vorstehendem Verfahren

0,16	0,48	0,50	60,69.
------	------	------	--------

Das beschriebene Verfahren dürfte sich noch auf andere Säuren, die der quantitativen Bestimmung bisher schwer zugänglich waren, Flußsäure und dgl. mehr, anwenden lassen.

Ich beabsichtige nicht, einschlägige Versuche weiter vorzunehmen; vielleicht interessieren sich andere dafür.

Eine Vervollkommenung der Hamburger Methode, welche alles, was nicht Wasser, Unlösliches, Na_2SO_4 , $NaCl$ und $KClO_4$ ist, schlechthin als „Salpeter“ (KNO_3 und $NaNO_3$) angibt, durch eine analytische Bestimmung, welche einen Ausdruck für wirklich vorhandenes N_2O_5 gestattet, erscheint jedenfalls recht wünschenswert.

Das neue Warenzeichengesetz in den Vereinigten Staaten.

In der am 30./11. 1903 abgegebenen Entscheidung des Supreme Court of the United States — der höchsten Gerichtsbehörde des Landes — wurde in dem Falle Warner vs. The Seal & Hereth Co. der Grundsatz aufgestellt, daß