

getragen. Es entstand kein Niederschlag. Nach vierstündigem Stehen war eine geringe weiße Trübung entstanden.

Es wurden 4,6 ccm $\frac{1}{10}$ -n. NaOH statt 19,22 ccm verbraucht.

Wie oben gesagt, entsprachen 100 ccm der $\frac{1}{10}$ -n. NaOH-Lösung genau 100,38 ccm $\frac{1}{10}$ -n. HCl.

Zur Nachprüfung der Genauigkeit der Reaktion zwischen Thiosulfat und Quecksilberchlorid wurden nachfolgende Versuche mit abgewogenen Mengen von chemisch reinem Natriumthiosulfat (Merck) gemacht.

Das abgewogene Thiosulfat wurde in Wasser gelöst, die Lösung in 40 ccm Quecksilberchloridlösung übergespült, dann etwa 20 Min. gekocht, abgekühlt, mit 30 ccm 4-n. Chlorammonium versetzt und die entstandene Säure mit $\frac{1}{10}$ -n. NaOH (F. 1,0038) unter Benutzung von Methylorange als Indicator titriert.

0,4550 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ verbrauchten 36,55 ccm NaOH-Lösung.

Entsprechend: 0,124 48 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ p. 10 ccm. Faktor demnach 1,0027.

0,4552 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ verbrauchten 36,55 ccm NaOH-Lösung.

Entsprechend: 0,124 54 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ p. 10 ccm. Faktor demnach 1,0032.

9,4552 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ verbrauchten 36,55 ccm NaOH-Lösung.

Entsprechend: 0,124 54 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ p. 10 ccm. Faktor demnach 1,0032.

Faktor im Mittel demnach 1,0030.
statt 1,0038.

Die mitgeteilten Resultate beweisen, daß die Titerstellung von Ätznatronlösung sehr genau ist.

Falls man kalt arbeitet, dauert die Titerstellung einschließlich des Abwägens etwa nur 10 Min.

Diese Methode verdient daher vor allen bisher üblichen Methoden zur Titerstellung von Ätzalkali, sowohl was Genauigkeit, wie was Schnelligkeit anbelangt, den Vorzug. Nach meiner Erfahrung ist das Mercksche Natriumthiosulfat, chemisch rein, durchaus zuverlässig.

Ich habe z. B. krystallisiertes Natriumthiosulfat in Gebrauch, welches vor etwa Jahresfrist bezogen wurde. Dasselbe wird in einer mit Korkstopfen verschlossenen Flasche aufbewahrt und hat sich bis jetzt als titerbeständig erwiesen. Dies stimmt auch mit meinen früheren Erfahrungen mit dem Merckschen chemisch reinen Natriumthiosulfat überein. Ich kann daher, meiner Erfahrung nach, die mitgeteilte Methode zur Urprüfung bei der Alkalimetrie durchaus empfehlen.

Vorteilhaft ist es, daß bei dieser Methode die Jodometrie und Alkalimetrie auf eine Ursubstanz bezogen werden, welche leicht rein zu erhalten ist. Die Genauigkeit und Einfachheit der Titerstellung mit resublimiertem Jod ist zur Genüge bekannt, die vorliegende neue Methode gestattet es demnach, die Urprüfung der Alkalimetrie indirekt durch Jod vorzunehmen. — Als weitere Belege werden noch einige von Herrn Roland Calberla in meinem Laboratorium ausgeführte Versuche zur Urprüfung von $\frac{1}{10}$ -n. Jodlösung (15 u. 16) und von $\frac{1}{10}$ -n. Natronlauge (17 u. 18) mitgeteilt:

| | $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ange- wendet g | $\frac{1}{10}$ -n. NOH berechnet ccm | $\frac{1}{10}$ -n. Jod berechnet ccm | ver- braucht ccm | Fehler % |
|----|---|--|--|------------------------|-------------|
| 15 | 0,517 | — | 20,8 | 20,7 | -0,5 |
| 16 | 0,5148 | — | 20,7 | 20,7 | +0,0 |
| 17 | 0,5012 | 40,4 | — | 40,35 | -0,1 |
| 18 | 0,4642 | 37,4 | — | 37,35 | -0,1 |

Auch diese Versuche ergeben die Genauigkeit der Methode. [A. 78.]

Bestimmung von Chrom in Chromeisenstein.

Von Dr. OTTO NYDEGGER.

(Eingeg. d. 8.5. 1911.)

Zur Bestimmung von Chrom in Chromeisenstein sind eine Anzahl Methoden vorgeschlagen worden, die aber nur bei sehr sorgfältigem Arbeiten eines geübten Chemikers zuverlässige Resultate geben. Im Interesse des Handels und der Industrie würde es liegen, daß die Laboratorien, die solche Analysen auszuführen haben, sich auf eine Methode einigen, denn nur so wird es möglich sein, die jetzt vorkommenden, oft nicht unerheblichen Analysendifferenzen aus der Welt zu schaffen. Zu diesem Zwecke veröffentliche ich mit Einwilligung der Chemischen Fabrik R. Wedekind & Co. m. b. H. in Uerdingen-Niederrhein eine von mir in deren Laboratorium ausgearbeitete Methode, die sich seit vielen Jahren dort bestens bewährt hat, und allen anderen, mir bekannten Methoden zur Wertbestimmung des Chromeisensteins an Einfachheit überlegen, an Genauigkeit mindestens gleichwertig ist. —

Der Aufschluß geschieht mit Boraxfluß, wie schon von Fieber (Chem. Ztg. 1900, 333) und Dittmar (Chem. News 82, 97) vorgeschlagen wurde. —

Um Verluste, hervorgerufen durch CO_2 -Entwicklung bei der Schmelze, zu vermeiden, stellt man den Boraxfluß vorrätig her durch Zusammenschmelzen von 2 Gewichtsteilen wasserfreier Soda mit 1 Gewichtsteil Boraxglas auf dem Gebläse bis zum ruhigen Fluß. Die zerkleinerte Schmelze ist äußerst hygroskopisch, sie muß daher gut verschlossen aufbewahrt werden. Sie greift Platintiegel gar nicht an.

0,5 g des pulverisierten Erzes (weit gehendes Pulverisieren und Beuteln ist nicht erforderlich, wegen der damit verbundenen Fehler sogar nicht erwünscht) werden in einem Platintiegel mit 5 g des Boraxflusses bei nicht dicht aufliegendem Deckel auf einer starken Bunsenflamme geglüht, bis beim Neigen des Tiegels am Boden keine Körnchen mehr wahrgenommen werden. Öfteres Schwenken des Tiegels befördert den Aufschluß, der nach 1—2 Stdn. vollständig ist. Der erkaltete Tiegel wird in einem Becherglas mit 300—400 ccm Wasser + 4 ccm reiner konz. Schwefelsäure digeriert, bis die Schmelze gelöst ist, und dann aus der Flüssigkeit herausgenommen. Da bei jedem Aufschluß ein kleiner Teil des Chroms als Cr_2O_3 in der Schmelze

