

Tabelle 1.

Einwaage an Ascorbinsäure γ in 100 cm ³ Lösung	Extinktion (d = 80 mm; 850)		Gefundene Ascorbinsäure in % der Einwaage	%
	einzel	im M.-Wert		
41,2	0,114 0,112 0,115 0,114 0,114	0,114	100,10	+0,10
82,4	0,225 0,229 0,225 0,229 0,227	0,227	99,64	-0,36
123,6	0,340 0,342 0,342 0,342 0,343	0,342	100,10	+0,10
164,8	0,453 0,452 0,456 0,452 0,455	0,454	99,64	-0,36
206,0	0,567 0,565 0,570 0,572 0,575	0,570	100,10	+0,10

12stündigem Stehen der Ascorbinsäuregehalt der einfach mit dest. Wasser (ohne CO₂) verdünnten Lösungen auf 65%, der mit kohlenaurer Lösung verdünnten auf 71%. Die sauerstofffreie, also mit Kohlensäure hergestellte, jedoch eine Spur Kupfer enthaltende Ascorbinsäurelösung verlor in 24 h nur 1,5% ihres Ascorbinsäuregehaltes.

Wir versuchten mit unserer Methode eine C-Vitamin-Bestimmung in Apfelsinen und Citronen. Wir bereiteten aus Citronen bzw. Apfelsinen, deren Gewicht bekannt war, Preßsaft, welchen wir durch Zentrifugieren klärten. Zu 3 cm³ des Saftes gaben wir 30 cm³ Wasser und bestimmten die Reduktionskraft von 2- und 3-cm³-Anteilen dieser Verdünnungen; den Wert drückten wir in Ascorbinsäure aus. Citronensaft enthielt in 100 cm³ im Mittel 63,6 mg, Apfelsinensaft 66,5 mg Ascorbinsäure. Durch Titration mit Dichlorphenolindophenol²⁾ ergab sich

²⁾ Vgl. hierzu Ott, diese Ztschr. 50, 75 [1937], 51, 537 [1938], sowie Strohecker u. Vaubel, ebenda 49, 666 [1936].

der Ascorbinsäuregehalt desselben Citronen- bzw. Apfelsinensaftes zu 59,1 bzw. 61,6 mg/100 cm³. — Der Ascorbinsäuregehalt des verdünnten Citronensaftes war nach zwei Tagen 58,6 mg, auf 100 cm³ des ursprünglichen Citronensaftes berechnet; der Gehalt änderte sich daher nicht wesentlich. — Die Frage, warum unser Verfahren etwas höhere Ascorbinsäuregehalte ergibt als dasjenige der Titration mit Dichlorphenolindophenol, bleibt noch offen (Tab. 2).

Tabelle 2.

Einwaage		Extinktion (d = 80 mm; 850)		Gehalt an Ascorbinsäure mg in 100 g	Anmerkung
Citronenpreßsaft verdünnt (16,326 g in 100 cm ³)	Apfelsinenpreßsaft verdünnt (10,390 g in 110 cm ³)	einzel	im M.-Wert		
2 cm ³ = 0,1877 g Citronensaft		0,331 0,324 0,326 0,325 0,329	0,327	63,01	Titrierwert mittels Dichlorphenolindophenol 59,1
3 cm ³ = 0,2816 g Citronensaft		0,490 0,492 0,490 0,493 0,493	0,492	63,2	Desgl.
2 cm ³ = 0,1877 g Citronensaft		0,311 0,308 0,309 0,307 0,311	0,309	59,4	Nach 2 Tagen bestimmt!
	2 cm ³ = 0,1889 g Apfelsinensaft	0,342 0,343 0,343 0,342 0,339	0,341	65,3	Titrierwert mittels Dichlorphenolindophenol 61,6
	3 cm ³ = 0,2884 g Apfelsinensaft	0,515 0,513 0,519 0,516 0,516	0,516	65,9	Desgl.

Wir hoffen, daß sich unser Verfahren zur Bestimmung der Ascorbinsäure in Obstsaften sowie in physiologischen Flüssigkeiten gut eignen wird; dieses um so mehr, da zur Bestimmung 0,1—1 cm³ Flüssigkeit genügen. Auch gefärbte Preßsaftes dürften sich mit dem Verfahren untersuchen lassen, wenn man Kompensationsflüssigkeiten verwendet. — Unsere Untersuchungen werden fortgesetzt. [A. 54.]

Über die Ungefährlichkeit konstant siedender, 72%iger Überchlorsäure

Von Dr. WALTER DIETZ, Chemisches Institut der Universität Breslau

Eingeg. 14. Juni 1939.

I. Über die Detonierbarkeit der konstant siedenden, 72%igen Überchlorsäure¹⁾.

Im Rahmen einer analytischen Arbeit²⁾, bei der chromhaltige Substanzen, besonders Stähle, mit Überchlorsäure aufgeschlossen wurden, tauchte die Frage nach der Gefährlichkeit dieser Säure auf. Bekannt sind die äußerst heftigen Explosionen, die beim Zusammenbringen dieser Säure mit organischen Substanzen auftreten³⁾, neuerdings finden Gemische dieser Art auch Verwendung als Sprengmittel.

¹⁾ Im folgenden ist mit Überchlorsäure immer das Gemisch von Überchlorsäure und Wasser gemeint, das bei 203° konstant siedet bei einem HClO₄-Gehalt von 72,3 Gew.-%.

²⁾ Kurzer Bericht: diese Ztschr. 50, 910 [1937]. Ausführlicher Bericht erscheint demnächst.

³⁾ Neuere Mitteilungen über derartige Explosionen: A. F. Joseph u. F. J. Martin, durch Chem. Ztrbl. 1927, IV, 64; H. u. W. Biltz: Ausführung quant. Analysen, 1. Auflage, 1930, 179; Jul. Meyer u. W. Spormann, Z. anorg. allg. Chem. 228, 341 [1936]; A. Seuthe u. E. Schäfer, Arch. Eisenhüttenwes. 10, 549 [1937]; „Vom Tage“, Chemiker-Ztg. 1937, 657; F. Petzold, Chem. Fabrik 10, 302 [1937]. Viele Angaben aus deutschem und ausländischem Schrifttum finden sich außerdem bei E. Kahane, Z. analyt. Chem. 111, 14 [1937]. Ferner sei hingewiesen auf die Explosionen, die beim Erhitzen von Überchlorsäure mit Wismutmetall beobachtet wurden von Fichter u. Jenny, Helv. chim. Acta 6, 225 [1923], und von Nicholson u. Reedy, J. Amer. chem. Soc. 57, 817 [1935].

Dem Verfasser wurde jedoch aus Industrielaboratorien von schweren Explosionen beim Lösen von Stählen mit Überchlorsäure auch bei Abwesenheit jeglicher organischer Substanz berichtet; eine genauere Auskunft über die Explosionen wurde jedoch nicht gegeben. Um die Ursachen für die rätselhaften Explosionen ausfindig zu machen, wurden folgende Versuche ausgeführt.

Erhitzungsversuche.

Versuch 1. 250 cm³ 60%ige technische Überchlorsäure von Merck wurden aus einem Jenaer Kolben restlos überdestilliert und der Rückstand bis zum Erweichen des Glases weiter erhitzt. Es erfolgte keine Explosion.

Versuch 2. In siedender Überchlorsäure wurde zwischen Platinspitzen ein elektrischer Lichtbogen erzeugt. Der Bogen ist in der siedenden Überchlorsäure immer nur von sehr kurzer Dauer, dann tritt sehr heftige Elektrolyse mit stetiger Feuererscheinung an der Anode auf. Durch den Lichtbogen werden nur örtliche schwache Verpuffungen durch plötzliches Verdampfen von Überchlorsäure hervorgerufen, während die 1/2 mm starken Platindrähte zu Kügelchen zusammenschmelzen.

Detonationsversuche.

Da sich die Überchlorsäure gegen extreme thermische Behandlungen als völlig resistent erwies⁴⁾, wurde versucht, sie durch

⁴⁾ Abgesehen von der Zersetzung, die sie immer während des Siedens erleidet.

Initialzündung zur Detonation zu bringen. Nach einigen Vorversuchen mit Knallquecksilber wurde das noch brisantere Bleiazid gewählt und in siedender Überchlorsäure zur Detonation gebracht.

Das Bleiazid, hergestellt nach Angaben von L. Wöhler⁶⁾, wurde schwach feucht in ein Zylinderrohr aus gewöhnlichem Glas mit sehr dünnwandigem Boden eingepreßt und durch Einstellen in heißes Wasser bei gleichzeitigem Absaugen getrocknet. Nun wurde eine freigelegte Glühwendel von einer Taschenlampenbirne an Stromzuführungsdrähten bis zur Berührung mit dem Bleiazid in das Glasrohr eingeführt. (Abb. 1.) Die Überchlorsäure befand sich in einem Rundkolben, der samt dem darunter befindlichen Brenner in einem Eimer aus Schwarzblech untergebracht war. Der Eimer sollte als Splitterfang dienen und gleichzeitig Indicator für die Explosion sein; an seiner Deformation sollte erkannt werden, ob die Überchlorsäure mitexplodiert war oder nicht.

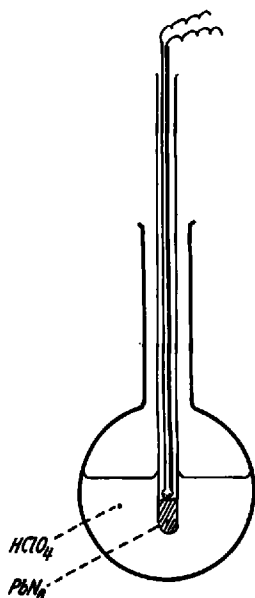


Abb. 1.

Versuch 3. Um die Sprengwirkung des Bleiazids zu prüfen, wurden 0,2 g Bleiazid, eingepreßt in eine Geschosshülse für Kleinkaliberrbüchse, in der Raummitte des Eimers in einem Zylinderrohr allein zur Detonation gebracht. Die Explosion erfolgte mit sehr hartem Knall. Fast das gesamte Glas wurde zu feinem Pulver zerschlagen und die dünnwandigen Metallteile der Geschosshülse in allerfeinste Splitterchen zerrissen, die trotz ihrer Leichtigkeit kleine tiefe Beulen und teilweise sogar Löcher in den Eimer schlugen.

Versuch 4. In der oben beschriebenen Weise wurden 50 cm³ (= 85 g) 72%ige Überchlorsäure⁷⁾, die vorher schon auf höchste Konzentration gebracht war, zum Sieden erhitzt, nachdem vorher das Sprengrohr mit 0,25 g Bleiazid eingeführt war. Nach einigen Minuten starken Siedens wurde gezündet. Die Detonation war in ihrer Stärke so, daß mit Sicherheit gesagt werden kann, daß Überchlorsäure nicht, auch nicht teilweise, mitexplodiert war. Die Splitterwirkung war die gleiche wie bei Versuch 3. Ein Teil der Überchlorsäure schwamm im Eimer, während der größte Teil zu dichtem, weißem Nebel zerstäubt worden war.

Versuch 5. Um die Versuchsbedingungen noch mehr den in der Praxis vorliegenden Verhältnissen anzupassen, wurde noch ein weiterer Versuch angestellt mit 50 cm³ 60%iger, technischer Überchlorsäure, in der vorher 2 g kohlenstoffreicher Stahl⁷⁾ aufgelöst worden waren. Ferner wurde noch 1/2 g Chromsäureanhydrid zugesetzt, weil das Verhalten chromreicher Stähle besonders interessierte. Das Sprengrohr war bei diesem Versuch mit 1 g Bleiazid beschickt. Die Zündung erfolgte bald nach Erreichung der höchsten Säurekonzentration, solange also noch reichlich ungelöste, feine verteilte Kohlenstoff- bzw. Carbiddteilchen in der Überchlorsäure suspendiert waren. Auch bei diesem Versuch war die Überchlorsäure überallhin fein zerspritzt und ein großer Teil vernebelt worden. Der Eimer zeigte die üblichen Beschädigungen. Überchlorsäure war nicht mitexplodiert.

Es ist also mit diesen Versuchen bewiesen, daß 72%ige, konstant siedende Überchlorsäure bei Abwesenheit brennbarer Substanz völlig gefahrlos angewandt werden kann⁸⁾.

II. Über die Explosion von Überchlorsäuredampf-Wasserstoff-Gemisch.

Im Verlauf der erwähnten analytischen Arbeit trat beim Auflösen eines Stahles in heißer Überchlorsäure, die durch vorheriges Sieden auf höchste Konzentration (= 72%) gebracht war, mit dem sich entwickelnden Wasserstoff ein dichter schwarzer Schaum auf, der den Lösekolben immer höher anfüllte. Um ein Übersteigen in die Vorlage zu vermeiden, wurde zur Zerstörung des Schaumes der Kolbenhals mit einer Bunsenbrennerflamme erwärmt. Nach

kurzem Erwärmen, noch weit unterhalb schwacher Rotglut, trat eine Explosion auf, die den Kolben zerschmetterte. Das explosive Gemisch bestand in diesem Falle aus Wasserstoff und Überchlorsäuredampf⁹⁾. Verf. schließt aus diesem Vorfall, daß die eingangs erwähnten Explosionen beim Auflösen von Stählen in Überchlorsäure bei Abwesenheit von organischer Substanz durch Erhitzen von Überchlorsäure-Wasserstoff-Gemisch verursacht waren.

Versuche.

Es interessierte nun, welches die Entzündungstemperatur des Überchlorsäuredampf-Wasserstoff-Gemisches ist und ob die Entzündungstemperatur durch die kohlenstoffreichen Zersetzungsprodukte der Stahlspäne katalytisch beeinflusst wird. Die Entzündungstemperatur wurde in einer Versuchsanordnung gemessen, die in Abb. 2 wiedergegeben ist.

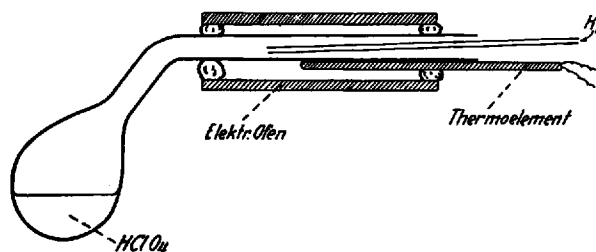


Abb. 2

Ein Kjeldahl-Kolben von 150 cm³ Inhalt wurde mit einem 2 cm weiten, im waagerechten Teil 20 cm langen Hals versehen. Dieser Hals wurde samt einem fest aufliegenden Thermoelement mit Asbestpapier umwickelt, um eine gleichmäßige Erwärmung von Glaswand und Thermoelement durch einen übergeschobenen elektrischen Ofen zu gewährleisten. In dem Kolben ließ man Überchlorsäure kräftig siedend, während gleichzeitig der elektrische Ofen angeheizt wurde und ein mäßiger Wasserstoffstrom mittels eines Glasrohres innerhalb des Kolbenhalses eingeleitet wurde. Das langsame Ansteigen der Temperatur wurde am Thermoelement verfolgt. In wiederholten Versuchen erfolgte jedesmal bei 400–405° die sehr starke Explosion. Bei höherer Temperatur entzündete sich der Wasserstoff sofort beim Einbringen in den Überchlorsäuredampfstrom. Bei niedrigerer Temperatur erfolgte die Explosion des Wasserstoff-Überchlorsäuredampf-Gemisches nur bei Zündung mit einer Flamme. Nach den Explosionen, oder schon brennend eingebracht, brannte der Wasserstoff hell leuchtend und mit großer Hitzeentwicklung im Überchlorsäuredampf weiter.

Von Überchlorsäuredampf kann allerdings nur bis zu einer Temperatur von ebenfalls 400–405° gesprochen werden, denn oberhalb dieser Temperatur zersetzt sich der Überchlorsäuredampf unter Feuererscheinung. Beim Anheizen des Ofens wurde auch ohne Wasserstoffzugabe das plötzliche Auftreten einer schwach leuchtenden Flamme bei 400–405° im Überchlorsäuredampfrohr beobachtet, während gleichzeitig die weißen Überchlorsäurenebel am Ausgang des Rohres verschwanden. Die Zersetzungsprodukte erwiesen sich als Sauerstoff, Chlor, Chlorwasserstoff und Wasserdampf. Ließ man bei gleichbleibendem Sieden der Überchlorsäure die Temperatur im Zersetzungsrohr zurückgehen, so erschienen schlagartig mit dem Verlöschen der Flamme im Zersetzungsrohr wieder die dichten weißen Nebel des feuchten Überchlorsäuredampfes.

Zur Prüfung der katalytischen Beeinflussung der Explosionstemperatur wurde der obenerwähnte schwarze Schaum noch einmal hergestellt und nach Abfiltrieren und Auswaschen auf die Innenwand des Explosionsrohres gestrichen. Bei Wiederholung des Explosionsversuches in der angegebenen Weise erfolgte die Explosion bei etwas niedrigerer Temperatur, bei 390°. Der Unterschied gegenüber der vorher gemessenen Explosionstemperatur ist also sehr gering. Wurden jedoch einige Stahlspäne selbst in das Explosionsrohr gebracht, so erfolgte die Explosion des Wasserstoff-Überchlorsäuredampf-Gemisches bereits bei 215°, also nur wenig oberhalb des Siedepunktes der Überchlorsäure.

Mit diesen Versuchen ist die Ursache der geschilderten Explosion geklärt: In dem beim Auflösen des Stahls ent-

⁶⁾ Z. B. diese Ztschr. 24, 2095 [1911].

⁷⁾ Reinheitsgrad: Zur Analyse.

⁸⁾ Zusammensetzung des Stahls: 1,30 % C; 0,10 % Mn; 0,15 % Si; 0,018 % P; 0,092 % S; 0,06 % Cu; 0,01 % Cr; 0,01 % Ni; 2,08 % W; 0,012 % As; 0,013 % Sn.

⁹⁾ Beachte Explosionen mit Bi-Metall, 1. c.

⁹⁾ Die suspendierten Kohlenstoff- bzw. Carbiddteilchen werden von der Überchlorsäure nur bei längerem Kochen allmählich oxydiert. Siehe auch Versuch 5 in Abschnitt I.

standenen Schaum aus Überchlorsäure und Wasserstoff waren reichlich unzersetzte Teilchen des Stahls suspendiert. Durch Erwärmen des Schaumes wurde Überchlorsäure verdampft und die bei Gegenwart von katalytisch wirkenden Substanzen ausreichende Entzündungstemperatur erreicht¹⁰⁾. Gleichzeitig mit der Erklärung ist der Weg gezeigt, Explosionen dieser Art zu vermeiden. Die Bildung des explosiven Gemisches Wasserstoff-Überchlorsäuredampf

läßt sich leicht verhindern durch Zugabe von etwas Wasser¹¹⁾ beim Auflösen eines Stahls in Überchlorsäure. Alle Stähle lösen sich leicht in wäßriger Überchlorsäure auf, wenn der Siedepunkt auf 150—160° gestiegen ist. Gefährliche Überchlorsäuredampfmengen entweichen bei dieser Temperatur noch nicht.

Herrn Prof. Dr. R. Höltje, Freiberg i. Sa., in dessen Institut ich die Versuche ausführen durfte, spreche ich meinen herzlichsten Dank aus. [A. 55.]

¹⁰⁾ Dem Umstand, daß nur ein kleiner Teil des Kolbenhalses von einer Seite her erwärmt war, ist es zu verdanken, daß die Explosion verhältnismäßig ungefährlich verlief.

¹¹⁾ Auch Salz- oder Salpetersäure, wie es bereits in vielen Lösungsvorschriften vorgesehen ist.

Maßanalytische Bestimmungen mittels Sulfocarbamid

2. Die titrimetrische Bestimmung von Braunstein, Bleidioxyd und Perverbindungen

Von Dozent Dr. C. MAHR und Dr. HERTHA OHLE

Chem. Institut der T. H. Karlsruhe

Eingeg. 18. Juli 1939

In der ersten Mitteilung¹⁾ wurde die Bestimmung des Chromates mit Sulfocarbamid (SCA) vorgeschlagen. Da nun SCA selbst durch Titration mittels Bromat-Bromid in einfacher Weise bestimmt werden kann²⁾, so ist es möglich, eine Reihe von Oxydationsmitteln in der Weise zu bestimmen, daß man sie auf Sulfocarbamid einwirken läßt und dessen Überschuß mit Bromat-Bromid zurückmißt. Diese Arbeitsweise erwies sich als gut geeignet für die Bestimmung von Braunstein, Bleidioxyd, Persulfat, Wasserstoffperoxyd, Perborat, Percarbonat und Bariumperoxyd. Der Vorteil des neuen Verfahrens liegt in der Anwendung titerbeständiger und durch Einwiegen herstellbarer Lösungen und, vor allem bei der Braunstein-, Bleidioxyd- und Persulfatbestimmung, darin, daß Sulfocarbamidlösungen auch bei längerem Erwärmen auf dem Wasserbad beständig sind, während bei der Anwendung von Oxalsäure bekanntlich Schwierigkeiten auftreten können.

Für die Bestimmungen wurden verwendet:

^{2/10} Sulfocarbamidlösung: 7,612 g Schwefelkohlstoff „Kahlbaum, reinst, zur Mikroanalyse“ gelöst zum Liter, in brauner Flasche aufbewahrt.

^{2/10} Bromid-Bromat-Lösung: 2,784 g Kaliumbromat und 15 g Kaliumbromid gelöst zum Liter.

Um den störenden Einfluß von Eisen(III)-salzen aufzuheben, muß bei Anwesenheit von Eisen zu allen Titrationen Phosphorsäure hinzugefügt werden.

Arbeitsvorschrift.

Zur Braunsteinbestimmung versetzt man ein Gemisch von 25 cm³ Schwefelsäure 1:1, 5 cm³ sirupöser Phosphorsäure und 5 cm³ 1%iger Kaliumjodidlösung mit etwa 20—25 cm³ der ^{2/10} SCA-Lösung und füllt auf 75 cm³ auf. Dann wird eine genau abgewogene Menge (rd. 70—80 mg) des gut gepulverten Braunsteins zugegeben und diese unter gelegentlichem Umschwenken durch 10—15 min langes Erhitzen auf dem schwach siedenden Wasserbad zur Lösung gebracht. Dabei soll die Temperatur der Lösung etwa 70° betragen. Wenn alle Substanz in Lösung gegangen ist und nur noch helle Gangart zurückblieb, wird auf 35° abgekühlt, mit etwas Stärkelösung versetzt und unter gutem Umschwenken mit ^{2/10} Bromid-Bromat-Lösung bis zur deutlichen Blaufärbung titriert. Nun wird mit etwa 35° warmem Wasser auf rd. 250—300 cm³ verdünnt und die dadurch wieder farblos gewordene Lösung tropfenweise bis zum endgültigen Umschlag nach Blau ausitiert. Der Unterschied zwischen der ursprünglich zugesetzten Menge SCA-Lösung und der zurücktitrierten ergibt den Oxydationswert des Braunsteins. Wenn die Volumenverhältnisse bei der Titration einigermaßen eingehalten werden, ergibt die Arbeitsweise sehr befriedigende und recht gleichmäßige Ergebnisse, wie die angeführten Beleganalysen zeigen:

Braunstein	% Vn O ₂ mit SCA bestimmt	auf andere Weise bestimmt
1	88,6 ; 88,5	88,6
2	88,07 ; 88,18	88,3
3	72,26 ; 72,19	72,3
4	86,41 ; 86,50	86,4
5	73,9 ; 73,5 ; 73,0 ; 73,7	73,6

Die Bestimmung des PbO₂-Gehaltes im Bleidioxyd geschieht grundsätzlich in der gleichen Weise, jedoch muß man die Schwefelsäure durch Überchlorsäure ersetzen, um das Ausfallen von Bleisulfat zu verhindern. Man mischt also 15—20 cm³ 60%ige Überchlorsäure, 5 cm³ 1%ige Kaliumjodidlösung und 20—25 cm³ SCA-Lösung, füllt wieder auf rd. 75 cm³ auf, setzt die abgewogene Bleidioxydmenge hinzu, erwärmt auf dem Wasserbad bis zur vollständigen Lösung und titriert die auf 35° abgekühlte Lösung in der beim Braunstein beschriebenen Weise mit Bromid-Bromat zurück.

Die jodometrische Bestimmung des Bleidioxyds nach der von G. Topf modifizierten Diehl'schen Methode³⁾ ergab 96,8% PbO₂ in unserem Präparat. Mit SCA wurden erhalten: 97,1%, 96,9%, 96,6%, 96,9%.

Zur Bestimmung der Perverbindungen wird ebenfalls wieder ein Gemisch aus 25—30 cm³ Schwefelsäure 1:1, 5 cm³ 1%iger Kaliumjodidlösung und 25 cm³ SCA-Lösung benutzt. Dieses Gemisch wird auf rd. 75 cm³ aufgefüllt und bei der Bestimmung des Wasserstoffperoxyds bei Zimmertemperatur tropfenweise und unter Umschwenken mit der Lösung versetzt, während man festes Perborat und Percarbonat in abgewogener Menge in die auf 35° erwärmte Mischung einträgt. Persulfat läßt man 15 min lang auf dem Wasserbad bei rd. 70° auf die Mischung einwirken und kühlt dann ab. In allen diesen Fällen wird die dann auf 35° gebrachte Lösung in der schon beschriebenen Weise mit Bromid-Bromat titriert. Bei der Bestimmung des Bariumperoxyds benutzt man zur Auflösung eine kalte Mischung von 5 cm³ konz. Salzsäure, 5 cm³ 1%iger Kaliumjodidlösung, SCA-Lösung und Wasser bis 75 cm³, in die man das feste BaO₂ einträgt. Nach dem Auflösen erwärmt man auf 35°, setzt noch 15 cm³ Schwefelsäure hinzu (das ausfallende Bariumsulfat stört nicht) und titriert wie üblich zurück.

Mit den beschriebenen Verfahren wurden folgende Ergebnisse erhalten:

Bariumperoxyd:	
Bestimmung mit KMnO ₄ :	84,28%, 84,30%.
Bestimmung mit SOA:	84,21%, 84,37%, 84,35%.
Kaliumpersulfat (zur Analyse):	
Bestimmt nach R. Kempf ⁴⁾ :	100,09%, 100,18%.
Mit SCA bestimmt:	100,10%, 100,20%, 100,18%.
Wasserstoffperoxyd:	
10 cm ³ Lösung 1 verbrauchen:	17,36 cm ³ ^{2/10} KMnO ₄ ; 17,34 cm ³ ^{2/10} SCA.
10 cm ³ Lösung 2 verbrauchen:	16,59, 16,60, 16,59 cm ³ ^{2/10} KMnO ₄ , 16,59, 16,62, 16,56 cm ³ ^{2/10} SCA.
Percarbonat:	
% Wirksamer Sauerstoff:	Mit KMnO ₄ 13,68%, mit SOA 13,60, 13,72, 13,66%.
Percarbonat, dargestellt nach S. Tanatar ⁵⁾ :	
% Wirksamer Sauerstoff:	Mit KMnO ₄ : 10,19, 10,23%. Mit SOA: 10,18, 10,25%. [A. 62.]

³⁾ Ebenda 26, 296 [1887].

⁴⁾ Ber. dtsch. chem. Ges. 38, 3963 [1905].

⁵⁾ Z. physik. Chem. 26, 132 [1898].