

15. Hugo Weil: Über die Verwendung von Bleisuperoxyd zur Elementaranalyse.

(Eingegangen am 18. Dezember 1909.)

Auf Grund einer nunmehr 5-jährigen Erfahrung, und nachdem tausende von Elementaranalysen in meinem Laboratorium ausgeführt worden sind, erlaube ich mir Folgendes mitzuteilen.

Bleisuperoxyd, das beim Erwärmen keine Kohlensäure abgibt, ist im Handel nicht zu haben. Eine Firma lieferte unter der Bezeichnung »Bleisuperoxyd Dennstedt« eine Ware, die mit verdünnter Salpetersäure stark aufbrauste.

Aber selbst nach stundenlangem Erwärmen mit 65-prozentiger Salpetersäure auf dem Wasserbad, nach dem Erhitzen mit gleichen Teilen sirupöser Phosphorsäure auf 150° oder nach dem Eintrocknen mit $\frac{1}{10}$ Gewichtsteil sirupöser Phosphorsäure bei 200° entwickelt alles käufliche Superoxyd, wie man durch vorgelegte Barytlösung leicht erkennen kann, beim Erwärmen auf ca. 280° im Verbrennungsrohr tagelang Kohlensäure.

Die auf diese Art dann von Kohlensäure völlig befreite Ware arbeitet dann oft wochenlang völlig zufriedenstellend.

Aus noch nicht aufgeklärten Ursachen wird aber bei anderen Proben, nachdem sie kurze Zeit einwandfreie Resultate liefern, Kohlensäure zentigrammweise zurückgehalten, und zwar ohne daß (durch übermäßiges Erhitzen) eine Bildung von Mennige oder gar Bleioxyd bemerklich wird.

Die ersten 4—6 Analysen geben z. B. richtige Werte, dann sinkt der gefundene Kohlenstoffwert bei den nächsten 6—8 sorgfältigst ausgeführten Probeanalysen um 0.4—0.7% unter die Theorie, um allmählich bis auf ein Minus von ca. 1.2% herunterzugehen, das einige Zeit stationär bleibt. Erhitzt man dann das Superoxyd stärker als gewöhnlich, so geht wieder langsam Kohlensäure in die vorgelegte Barytlösung über.

Bei der Analyse nach Dennstedt, bei der das Superoxyd jedesmal gewechselt werden soll, werden diese Erscheinungen vielleicht nicht in dem Maße bemerklich.

Von einer allgemeinen Anwendung an Stelle reduzierter Kupferspiralen usw. ist dringend abzuraten.

München, im Dezember 1909.