

Zur Kalibestimmung.

Von

Dr. F. Mohr.

Das Kaliumplatinchlorid kann als solches nur mit dem Filtrum gewogen werden, wobei eine gleiche Austrocknung vorausgesetzt wird. Solche Wägungen auf gewogenem Filtrum haben immer etwas Missliches, weshalb wir in allen Fällen, wo es zulässig ist, das Filtrum lieber verbrennen. Je kleiner die Menge des Platindoppelsalzes ist, desto grössere Fehler kann man leicht begehen. Ich suchte daher die Menge des Kalis durch Titrirung eines in dem Salze enthaltenen Stoffes zu ermöglichen. Als ein solches konnte nur das Chlor genommen werden. Das Chlorplatinkalium wird von der Hitze nur theilweise zersetzt, indem ein Theil des Chlorplatins leicht unzersetzt übrig bleibt.

Dagegen wird das Salz leicht zersetzt, wenn man es mit der doppelten Menge oxalsauren Natrons im Platintiegel bis zum Schmelzen erhitzt. Nach dem Auslaugen lässt sich das Chlor leicht durch $\frac{1}{10}$ Silberlösung bestimmen.

Zur Prüfung des Verhaltens wurde 0,5 Grm. reines Chlorplatinkalium mit 1 Grm. oxalsaurem Natron innig zerrieben, in einen Platintiegel gebracht und der Achatmörser mit oxalsaurem Natron rein gespült. Die Zersetzung geht bei dunkler Rothglühhitze leicht vor sich und die Masse schmilzt leicht, weil ein Gemenge von Chlorkalium und Chlornatrium entsteht. Der Rest im Tiegel wird mit reinem destillirtem Wasser ausgewaschen, bis das Filtrat auf rothes Lackmuspapier nicht mehr reagirt. Das Filtrat wird mit Essigsäure annähernd neutralisirt, neutrales chromsaures Kali zugesetzt, und dann mit $\frac{1}{10}$ Silberlösung autitriert. In 2 Operationen wurden

1) 61 CC.

2) 61,2 $\times \frac{1}{10}$ Silberlösung verbraucht.

Da das Platinsalz 3 Atome Chlor enthält, so ist jedes Atom der Silberlösung = $\frac{1}{3}$ von $\frac{1}{10000}$ Atom Kali = $\frac{0,002711}{3} = 0,00157$ Grm.

Kali.

Die erste Analyse ergibt 0,09577 Grm. Kali

Die zweite < < 0,096084 < <

Berechnet 0,09635 < <

Das Filtrum mit dem Platin eingeäschert gab

	1)	0,2035	Grm.	Platin
	2)	0,2010	<	<
	3)	0,2030	<	<
berechnet		0,2024	<	<

Sind die Mengen des Chlorplatinkaliums sehr klein, so befeuchtet man dasselbe und das Filtrum mit einer concentrirten Lösung von neutralem oxalsaurem Kali, lässt austrocknen und äschert dann im bedeckten Tiegel ein.

Messung freien Sauerstoffs.

Von

Dr. F. Mohr.

Wenn man wässrige schweflige Säure auf metallisches Zink, Eisen oder Natriumamalgam wirken lässt, so entsteht daraus ohne Entwicklung von Wasserstoff eine neue Säure von sehr starker reducirender Kraft. Diese Säure ist zuerst von P. Schützenberger*) beobachtet und als hydroschweflige Säure aufgestellt worden. Da sich kein Wasserstoff entwickelt, so ist anzunehmen, dass er mit der schwefligen Säure in Verbindung tritt, und als Ganzes, HSO_2 , darin verbleibt. Diese Säure zersetzt schwefelsaure Indigolösung augenblicklich, indem die Farbe verschwindet. Es findet hierbei aber nur Reduction des Indigopigmentes statt; aber keine Zerstörung, wie bei Eisenchlorid und unterschwefligsaurem Natron. Setzt man lufthaltiges Wasser hinzu, so tritt die Farbe des Indigos sogleich wieder auf; ebenso wenn man die entfärbte Flüssigkeit schüttelt, oder nur aus einem Gefässe in ein anderes ausgiesst. Es ist zu bemerken, dass weder schweflige Säure, noch Schwefelwasserstoff, noch ihre Vereinigung oder Pentathionsäure, noch unterschweflige Säure diese Wirkung auf Indigo ausüben. Färbt man lufthaltiges Wasser mit Indigolösung, so kann man den Augenblick der vollständigen Bindung des absorbirten Sauerstoffs sehr scharf aus dem Verschwinden der letzten Spur der blauen Farbe erkennen, und dadurch den freien Sauerstoff messen. Die hydroschweflige Säure bereitet man am leichtesten, wenn

*) Jahresbericht von Liebig & Kopp. 1869, S. 204.