

Eine Erzprobe, in welcher Genth 62,87 Proc. Chromsäure fand, enthielt nach einer Analyse von O'Neill 53,84, dagegen nach einer von Hautfeuille in Paris vorgenommenen Analyse 63,3 Proc.

Nach meiner Ansicht liegen die unrichtigen Resultate, welche O'Neill erhielt, wenn nicht allein, so doch hauptsächlich an der gänzlich ungeeigneten volumetrischen Methode, welche er schliesslich zur Bestimmung der Chromsäure anwendet. Ein Blick auf die von Lenssen und Löwenthal (Journ. f. pr. Chem. 86. 209, — diese Zeitschr. I. 468) angestellten Versuche belehrt, dass Chromsäure nur durch stark vorwaltende schweflige Säure reducirt wird, mag eine kleine Menge Jodkalium zugegen sein oder nicht, sowie dass bei Einwirkung von schwefliger Säure auf Chromsäure der im Wasser gelöste Sauerstoff activ wird, wodurch schon an und für sich jede Möglichkeit aufhört, beide Körper in Luft enthaltenden Flüssigkeiten in richtige Beziehung zu einander zu bringen. Nur wenn die Chromsäure mit starker Jodwasserstoffsäure völlig zersetzt wird, lässt sich nach Lenssen und Löwenthal dieser Zweck erreichen. Die von Genth vermuthete Fehlerquelle, Chromoxyd oxydire sich beim Schmelzen mit kohlen-saurem Natron und chlo-saurem Kali nicht vollständig, scheint mir von geringerer Bedeutung, wenigstens fand bei einem von mir angestellten Versuche vollständige Oxydation statt.

Prüfung käuflichen chlo-sauren Kalis auf seinen Gehalt. F. Sestini (Ricerca dei Clorati e Saggio quantitativo del Clorato di Potassa del Commercio, Pisa 1861) empfiehlt, gestützt auf die von ihm gemachte Erfahrung, dass nascirender Wasserstoff verdünnte Chlo-säure ziemlich rasch in Chlo-wasserstoffsäure umwandelt, zur Prüfung des käuflichen chlo-sauren Kalis das folgende Verfahren. Man löst, nachdem man sich zuvor überzeugt hat, dass Oxyde schwerer Metalle, alkalische Erden und Natron nicht zugegen, 0,1 Grm. des Salzes in einer möglichst geringen Menge Wasser, bringt ein Stückchen Zink und dann etwas reine verdünnte Schwefelsäure hinzu, nimmt nach einer halben Stunde das noch ungelöste Zink mittelst eines Platindrahtes heraus, fällt die Schwefelsäure mit salpetersaurem Baryt, dann das Zink und den Barytüberschuss mit kohlen-saurem Natron, filtrirt und bestimmt im Filtrate das aus dem chlo-sauren Kali entstandene Chlo-metall mit einer Silberlösung, von der jeder Kubikcentimeter einem Milligramm chlo-sauren Kalis entspricht (1,387 Grm. AgO, NO₃ in 1 Liter) unter Anwendung von arsensaurem Natron als Indicator. Enthält das chlo-saure Kali Chlo-rcalium, so fällt

der Verfasser erst dessen Chlor mit salpetersaurem Silberoxyd, filtrirt, entfernt das überschüssige Silber durch Schwefelwasserstoff, verjagt dessen Ueberschuss und schreitet dann zum Versuche.

Bestimmung des reinen Essigäthers in seinen Gemischen mit Wasser, Alkohol und Aether. Der im Handel vorkommende oder in den Apotheken dargestellte Essigäther ist in der Regel mit Wasser, Alkohol oder Aether und zwar zuweilen sehr stark verunreinigt. Zur Bestimmung des reinen Essigäthers in solchen Gemischen empfiehlt Feldhaus (Archiv der Pharm. [2] 112. 36) folgendes Verfahren:

In ein starkrandiges Gläschen von etwa 50 Grm. Inhalt, dessen Glasstöpsel vollständig schliesst, bringt man ungefähr 3 Grm. krystallisirten Aetz-baryt, füllt mit Wasser fast voll, tarirt, während der Stöpsel neben dem Gläschen auf der Wage liegt, lässt aus einem Tropfglase ungefähr 1 CC. des zu prüfenden Essigäthers in das Gläschen fliessen, setzt den Stöpsel fest auf und wägt. Man überbindet jetzt den Stöpsel und stellt das Gläschen an einen warmen Ort oder in siedendes Wasser. Nach einigen Stunden lässt man erkalten. Riecht die Flüssigkeit nicht mehr nach Essigäther, so ist die Zersetzung beendet, andernfalls muss das Erwärmen im verschlossenen Gläschen fortgesetzt werden. Man spült dasselbe mit Wasser in eine Kochflasche oder ein Becherglas aus, leitet in die etwa 120 Grm. betragende Flüssigkeit gewaschene Kohlensäure, so lange eine Fällung entsteht, erhitzt, um das gebildete Baryt-Bicarbonat zu zersetzen, zum Sieden, so lange Kohlensäure entweicht, filtrirt, wäscht aus und bestimmt im Filtrate den Baryt durch Fällern mit Schwefelsäure. 1 Aeq. schwefelsaurer Baryt entspricht 1 Aeq. Essigäther. Die Zahlen, welche der Verfasser bei mehrfacher Prüfung derselben Essigäthersorten erhielt, zeigen grosse Uebereinstimmung und belehren zugleich, dass im Handel Sorten vorkommen, welche nur 60 Proc. reinen Essigäther enthalten.

Enthält ein Aether freie Essigsäure, so muss diese in einer besonderen Probe bestimmt und in Abzug gebracht werden. Zur Bestimmung derselben schüttelt man eine gewogene Menge des Aethers anhaltend mit Wasser und überschüssigem kohlensauren Baryt, filtrirt und bestimmt den in Lösung übergegangenen, der freien Essigsäure äquivalenten Baryt mittelst Schwefelsäure. — Bei einem Gehalte von essigsäurem Amyläther würde die angegebene Prüfung natürlich auch fehlerhaft sein. Ein solcher Aether ist leicht zu erkennen, er lässt beim Destilliren einen nach Birnen riechenden Rückstand.

Zur annähernden Prüfung eines Gemisches von Essigäther, Alkohol und Wasser fand der Verfasser die schon länger in Gebrauch gekom-