XXXIII.

Ueber quantitative Bestimmung des Bleioxyds und der Essigsäure.

Von

F. F. Dulk.

Wenn Bleioxyd in einer Verbindung mit einer organischen Substanz, z. B. Essigsäure, quantitativ bestimmt werden soll, so kann diess durch folgendes einfaches Verfahren geschehen. Die Bleiverbindung wird in einem Porcellantiegel einer allmählig gesteigerten Hitze ausgesetzt, bis die organische Substanz verkohlt ist. Bei dem vorsichtigen Lüften des Deckels kommt dann die Masse in's Glühen, welches sich beim Umrühren mit einem Eisenstabe durch die ganze Masse verbreitet, wobei das Bleioxyd durch die Kohle zum Theil reducirt wird, so dass glänzende Bleikügelchen durch die ganze Masse verbreitet sichtbar werden; zugleich geht aber auch ein grosser Theil des eben reducirten Bleies auf Kosten des Sauerstoffes der Luft wieder in Oxyd über, was durch Umrühren mit einem Eisenstabe befördert wird, ohne dass jedoch eine vollständige Oxydation hierdurch zu erlangen ist. Diese erfolgt aber sicher und ohne Zeitverlust dadurch, dass man den Tiegel aus der Flamme der Weingeistlampe herausbringt und, ohne ihn weiter abkühlen zu lassen, einige Krystalle von salpetersaurem Ammoniak hineinlegt; das Salz schmilzt sogleich unter Aushauchung von Ammoniak und durchdringt den ganzen Inhalt des Tiegels, der dadurch zu einer weissen Salzmasse, salpetersaurem Bleioxyd, wird. Bringt man nun den Tiegel wieder in die Flamme der Lampe, so entweichen rothe Dämpfe, der Inhalt des Tiegels nimmt allmählig eine rothe Farbe an, welche beim Erkalten in die gewöhnliche gelbe des Bleioxyds übergeht, welches seinem Gewichte nach bestimmt wird.

Wenn die Essigsäure mit einem Metalloxyd verbunden ist, welches sich aus der sauren Auflösung durch Schwefelwasserstoff abscheiden lässt, so lässt sich dieselbe quantitativ dadurch bestimmen, dass man die vom Schwefelmetall abfiltrirte, sehr verdünnte saure Flüssigkeit auf kohlen sauren Baryt einwirken lässt und diese Einwirkung durch bis zum gelinden Kochen gesteigerte Wärme unterstützt, wobei zugleich die Flüssigkeit etwas eingengt wird. Das vom überschüssigen kohlen sauren Baryt abfiltrirte

Fluidum wird mit Schwefelsäure gefällt und die erzeugte schwefelsaure Baryterde wie gewöhnlich dem Gewichte nach bestimmt. Um hieraus die Essigsäure zu finden, ist folgende Berechnung zu Grunde gelegt: 1 Aequival. schwefelsaurer Baryterde, 1458,045, entspricht 1 Aequival. essigsaurer Baryterde, 1600,067; es entsprechen also 100 Theile des ersteren Salzes 109,74058 Th. des letzteren.

$$1458,045 : 1600,067 = 100 : 109,74058.$$

100 Theile essigsaure Baryterde enthalten aber 40,198 Essigsäure, wonach in 109,74058 dieses Salzes 44,1135 Essigsäure enthalten sind.

$$100 : 40,198 = 109,74058 : 44,1135.$$

Da nun 100 Theile schwefelsaurer Baryterde 109,74058 essigsaurer Baryterde entsprechen, so werden durch 100 Th. Schwerspath 44,1135 Essigsäure repräsentirt. Hiernach kann aus jeder beliebigen Menge der aus der Zersetzung eines essigsauren Salzes erhaltenen schwefelsauren Baryterde die in jenem enthalten gewesene Essigsäure leicht berechnet werden.

Ein paar Versuche mit dem neutralen essigsauren Bleioxyd haben die Anwendbarkeit dieser Methoden bewährt.

4,199 Grm. Salz hinterliessen nach dem Glühen 2,456 Bleioxyd = 58,5 Proc.

3,5855 Grm. Salz hinterliessen nach dem Glühen 2,090 Bleioxyd = 58,3 Proc.

Die Rechnung fordert 58,7 Proc. Bleioxyd.

3,457 Grm. Salz gaben 2,0955 schwefelsaure Baryterde = 26,74 Proc. Essigsäure.

3,611 Grm. Salz gaben 2,203 schwefelsaure Baryterde = 26,91 Proc. Essigsäure.

Die Rechnung fordert 27,08 Proc. Essigsäure.