doch noch eintretende Tröpfchenbildung nicht abgewartet) und die Röhre nach dem Erkalten sorgfältig mit Wasser ausgespült. Dieses reagirte in diesem wie in mehreren späteren Fällen immerhin so erheblich auf Schwefelsäure, dass das Nachspülen der Verbrennungsröhre unter allen Umständen geboten erscheint.

Die Bildung von SO_3 aus SO_2 und O findet bekanntlich bei Gegenwart von Eisenoxyd (wie von Platinschwamm) statt, und Coaks oder Steinkohlen, deren Schwefelgehalt wohl fast ausschliesslich von Schwefeleisen herrührt, hinterlassen eben deshalb besonders eisenoxydreiche Aschen. In seltenen Ausnahmefällen (bei stark verwitterten, ursprünglich schwefelkiesreichen Kohlen) könnte das Auftreten von SO_3 aus der Abröstung von Eisensulfaten zu erklären sein.

Bochum, Laborat. der westf. Berggewerkschaftskasse, Dec. 1874.

Zur Schwefelsäurebestimmung in den natürlichen Wassern.

Von

Dr. W. Hempel.

Da es den Schwefelsäuretitrationmethoden von Wildenstein, Trommsdorff, Boutron und Boudet*), deren Princip ist, die Schwefelsäure mittelst eines Barytsalzes zu fällen und den Ueberschuss des zugesetzten Baryts mit neutralem chromsaurem Kali zurück zu titriren, an einem Indicator fehlt, so wird die Titration durch das Filtriren und die nachfolgende colorimetrische Bestimmung oder Titration mit Seifenlösung ziemlich umständlich. Alle diese Unbequemlichkeiten umgeht man leicht, wenn man eine Lösung von neutralem salpetersaurem Silber, wie man sie zur Chlortitration braucht, als Indicator wählt und auf einer weissen Porzellanplatte mit einem Tropfen der zu titirenden Flüssigkeit zusammenbringt, wo bei dem geringsten Ueberschuss an chromsaurem Kali die bekannte intensivrothe Färbung eintritt. —

Man verfährt hierbei zweckmässig folgendermaassen:

Man stellt sich $\frac{1}{25}$ normale Lösungen von salpetersaurem Baryt und neutralem chromsaurem Kali dar, die man volumetrisch auf einander

*) Anleitung zur Untersuchung von Wasser von Kubel, vermehrt und vollständig umgearbeitet von Dr. F. Tiemann.

stellt, indem man ein beliebiges, abgemessenes Quantum der Barytlösung zum Kochen erhitzt und cubikcentimeterweise von der Chromatlösung zusetzt, wobei man nach jedem Zusatz zum Kochen erhitzt, bis ein Tropfen der Flüssigkeit, auf einer weissen Porzellanplatte mit einem Tropfen der Silberlösung zusammengebracht, im Momente des Einbringens eine rothbraune Färbung gibt; eine später erscheinende Färbung darf man nicht als Indicationspunkt wählen, da auch der in der Flüssigkeit suspendirte chromsaure Baryt mit salpetersaurem Silber sich nach einiger Zeit umsetzt und eine gleiche Farbenveränderung veranlasst. Ist dieser Punkt eingetreten, so fügt man einen Cubikcentimeter salpetersauren Baryt zu, schafft so den Ueberschuss von chromsaurem Kali hinweg und setzt nun zehntelcubikcentimeterweise von der Chromatlösung zu, bis die erwähnte Reaction eintritt.

Um nun den Schwefelsäuregehalt eines natürlichen Wassers zu bestimmen, misst man 100 CC. desselben ab, setzt vorläufig 10 CC. oder 20 CC. der Barytlösung zu, und erhitzt zum Kochen, hierauf lässt man 1 CC. Chromatlösung Zutreten und versucht mittelst des genannten Indicators, ob bereits ein Ueberschuss des Baryts zur Schwefelsäurebestimmung zugefügt wurde; war dies nicht der Fall, dann fügt man von Neuem Barytlösung bis zur Vernichtung der Silberreaction zu und geht nun mit der Chromatlösung erst cubikcentimeter-, später zehntelcubikcentimeterweise bis zum scharfen Eintreten der Reaction mit dem letzten Zehntel des Fällungsmittels vor.

Durch Addition der bei dieser Arbeit verbrauchten Raumtheile Baryt- sowie der Chromatlösung erfährt man sodann den Schwefelsäuregehalt im Wege einfacher Berechnung.

Das zu untersuchende Wasser muss vollkommen neutral oder kohlensäuer sein, da die geringste Spur freier Mineralsäure oder kohlensauren Alkalis das scharfe Eintreten der Reaction verhindert; ebenso tritt die Reaction bei kalter oder nicht kochender Lösung nicht präcis ein.

Hat man ein saures Wasser, so fügt man so viel kohlensauren Kalk zu (das Wasser darf natürlich dann nicht mehr Schwefelsäure als eine gesättigte Gypslösung enthalten), bis derselbe nicht mehr gelöst wird und titirt direct in dieser Flüssigkeit, ein Abfiltriren ist unnöthig. Ist das Wasser alkalisch, so säuert man mit Salpetersäure an und fügt Kalk zu, bis derselbe nicht mehr gelöst wird.

Noch ist zu erwähnen, dass der Tropfen Silberlösung zur Hervorrufung der Reaction genug Silber enthalten muss, um alles Chlor des

zugebrachten Tropfens der Flüssigkeit auszufällen, um dann mit dem chromsauren Kali die Reaction zu geben.

Zur Beurtheilung des Werthes dieser Methode dienen folgende Resultate, wo die gewichtsanalytische Bestimmung in einer grösseren Masse Wasser gemacht wurde.

Die Normalflüssigkeiten enthielten:

Chromatlösung 1000 CC. = 3,696 Gr. K_2CrO_4 entsprechend 1,519 Gr. SO_3 .

Barytlösung 1000 CC. = 4,856 Gr. BaO , NO_5 , so dass also

100 CC. der Barytlösung 98 der Chromatlösung entsprechen.

Wasser I.

Die gewichtsanalytische Bestimmung ergab in

100000 Th. Wasser 78,5 SO_3 .

Bei der Titration wurden zu 100 CC. Wasser 60 CC. der Barytlösung zugesetzt und 7,2 CC. der Chromatlösung verbraucht. Da nun 60 CC. Barytlösung 58,8 Chromatlösung entsprechen, so war die Schwefelsäure des Wassers

58,8

7,2

51,6 CC. der Chromatlösung aequivalent,

entsprechend 0,0784 Gr. SO_3 . Also enthielten 100000 Th. Wasser

78,4 SO_3 .

Wasser II.

Die gewichtsanalytische Bestimmung ergab in 100000 Theilen Wasser

16,0 SO_3 .

Es wurden zu 100 CC. des Wassers 15 CC. der Barytlösung zugesetzt und 4,3 CC. der Chromatlösung verbraucht. Da nun 15 CC. Barytlösung 14,7 Chromatlösung entsprechen, so war die Schwefelsäure des Wassers

14,7

4,3

10,4 CC. der Chromatlösung aequivalent,

entsprechend 0,0158 Gr. SO_3 in 100 CC. Also enthielten 100000 Th. Wasser

15,8 SO_3 .

Wasser III.

Die gewichtsanalytische Bestimmung ergab in 100000 Theilen Wasser

21,08 SO_3 .

Es wurden zu 100 CC. Wasser 20 CC. der Barytlösung zugesetzt und 5,7 CC. der Chromatlösung verbraucht. Da nun 20 CC. Barytlösung 19,6 Chromatlösung entsprechen, so war die Schwefelsäure des Wassers

19,6

5,7

13,9 CC der Chromatlösung aequivalent,
entsprechend 0,02111 Gr. SO_3 in 100 CC. Also enthielten 100000 Th. Wasser

21,1 SO_3 .

Diese 3 Proben natürlicher Wasser gaben daher folgende Werthe in Schwefelsäure in 100000 Theilen

	I.	II.	III.
gewichtsanalytisch	78,5	16,0	21,08
volumetrisch	78,4	15,8	21,11.

Ueber die Trennung der fetten Säuren vom gewöhnlichen Harze*).

Von

C. Barfoed.

Während die Trennung der Harze von Fetten in einigen Fällen leicht auszuführen ist, selbst wenn eine quantitative Bestimmung verlangt wird, bietet sie in anderen Fällen nicht nur in quantitativer, sondern auch in qualitativer Rücksicht grosse Schwierigkeiten dar. Dieses findet namentlich statt, wenn einerseits das Harz in Weingeist, Aether und Alkalien löslich ist, und andererseits das Fett aus fetten Säuren mit niedrigem Schmelzpunkt besteht, also wenn z. B. gewöhnliches Harz (Fichtenharz, Colophonium) von gewöhnlichen fetten Säuren mit vorwaltender Oelsäure getrennt werden soll. Für die vollständige Untersuchung solcher Mischungen und, was damit zusammenfällt, gemischter Harz- und Fettseifen gemeiner Art hat man bis jetzt befriedigende Methoden vermisst.

*) Aus: Oversigt over det Kongelige Danske Videnskabernes Selskabs Forhandlinger. 1873. Vom Verfasser für diese Zeitschrift übersetzt.