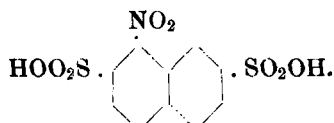


sein, und die von Alén dargestellte α -Nitro-2:7-disulfonsäure



Nach Armstrong und Wynne soll das 1:2:7 Trichlor-naphtalin bei 83° bis 84° schmelzen ¹⁾).

Upsala. Universitäts-Laboratorium.

366. Ludwig Medicus: Zur quantitativen Bestimmung des Bleies.

[Mittheilung aus dem technol. Institut der Universität Würzburg. — No. 8.]

(Eingegangen am 1. August.)

In dieser vorläufigen Mittheilung seien kurz einige Versuche besprochen, die angestellt wurden, um zu einer für die Technik bequemen, rasch durchführbaren Bestimmung des Bleies in Bleiglanzen zu gelangen. Ich beabsichtige dabei, den Bleiglanz in Salzsäure zu lösen und das Blei als Bleioxydkali von den andern Basen zu trennen. Aus diesem Grunde wurde versucht, ob es gelingen würde, das Blei in dieser alkalischen, chlorkaliumhaltigen Lösung direct oder indirect schliesslich als Superoxyd zu fällen.

Ich versuchte dies zunächst auf einem Umwege elektrolytisch durchzuführen und wollte das Blei aus der alkalischen Lösung als Oxalat fällen. Bei Abwesenheit von Chloriden geht das gut: Ich löste

$$0.4508 \text{ g Pb(NO}_3)_2 = 0.3253 \text{ g PbO}_2$$

in concentrirter Kalilauge, fällte aus dieser Lösung das Blei als Oxalat (nach von Reis ²⁾), löste das Oxalat nach dem Auswaschen in Salpetersäure und elektrolysirte nach der Classen'sche Methode. Es wurden erhalten:

Gefunden . . .	0.3246 g PbO ₂
Berechnet . . .	0.3253 g
Differenz: —	0.0007 g.

¹⁾ Abstracts of the Proceedings of the Chem. Soc. 1889, No. 65, S. 50.

²⁾ Diese Berichte XIV, 1174.

Bei Gegenwart von Chlorkalium, d. h. bei Anwendung von Chlorblei lässt sich aber diese Methode nicht anwenden; die Fällung des Oxalates ist unvollständig.

Nach verschiedenen Versuchen blieb ich bei folgender Methode stehen: man löst das Chlorblei in Kalilauge und leitet 2 Stunden lang in diese Lösung Kohlensäure ein. Das gefällte Carbonat wird nach dem Abfiltriren und Auswaschen in Salpetersäure gelöst und nun das Blei elektrolytisch als Superoxyd gefällt.

Es wurden so erhalten:

I. Angewandt: $0.5135 \text{ g PbCl}_2 = 0.4413 \text{ g PbO}_2$.

Gefunden: 0.4436 g

Differenz: + 0.0023 g.

II. Angewandt: $0.4909 \text{ g PbCl}_2 = 0.4219 \text{ g PbO}_2$.

Gefunden: 0.4198 g

Differenz: — 0.0021 g.

III. Angewandt: $0.3774 \text{ g PbCl}_2 = 0.3243 \text{ g PbO}_2$.

Gefunden: 0.3273 g

Differenz: + 0.0030 g.

Ferner versuchte ich, das Blei aus der alkalischen Lösung durch Brom als Superoxyd zu fällen. Die Fällung gelingt am besten in folgender Weise:

Das Chlorid wird in Kalilauge gelöst; die Lösung giebt man in einen Kolben mit doppelt durchbohrtem Kork, Gaszuleitungs- und Ableitungsrohr und lässt nun einen langsamen Strom von Bromgas durch das Einleitungsrohr über die Flüssigkeit treten unter gelindem Erwärmen der Bleilösung. Das Brom wird sehr gut absorbirt, und es fällt allmählich das Blei als Superoxyd aus. Ist die Fällung beendet, d. h. hat das Superoxyd als feiner, brauner Niederschlag sich abgesetzt und beginnt die überstehende Flüssigkeit sich gelb zu färben, so wird unterbrochen und der Niederschlag abfiltrirt.

Zur Filtration, die viele Schwierigkeiten bot, eignen sich am besten Nutschiegel. Man giebt in diese auf den Boden eine Scheibe Asbestpapier, dann fein geschlämmten Asbest, dann wieder eine Scheibe Asbestpapier und schliesslich die Siebplatte; das Ganze wird (nach Festnutschen der Filtrirsicht) bei 120° getrocknet und dann der Niederschlag abfiltrirt. Er lässt sich so bei einiger Vorsicht gut abnutschen und auswaschen; räthlich ist es, während des Filtrirens die Flüssigkeit allmählich zu verdünnen, um zu schroffe Uebergänge in der Concentration der Flüssigkeit zu vermeiden.

Es wurden so erhalten:

I. Angewandt: 0.4223 g PbCl_2 = 0.3629 g PbO_2 .

Gefunden: 0.3650 g

Differenz: + 0.0021 g.

II. Angewandt: 0.7825 g PbCl_2 = 0.6728 g PbO_2 .

Gefunden: 0.6771 g

Differenz: + 0.0043 g.

III. Angewandt: 0.3850 g PbCl_2 = 0.3309 g PbO_2 .

Gefunden: 0.3342 g

Differenz: + 0.0033 g.

(Es wird immer etwas mehr gefunden wegen des Alkaligehaltes des Superoxydes.)

Weitere Versuche, besonders auch über die Anwendung der Methoden für die Bleiglanzanalyse möchte ich mir vorbehalten; es sollen später auch die genaueren Einzelheiten mitgetheilt werden.

Würzburg, 27. Juli 1892.

367. H. Freudenberg: Ueber ein neues Princip der elektrolytischen Trennung von Metallen.

(Eingegangen am 14. Juli.)

Bis vor Kurzem herrschte in der Physik Ungewissheit darüber, ob die Zersetzung von Elektrolyten erst bei einem bestimmten, jedem Elektrolyten eigenthümlichen Werth beginnt oder ob dieselbe innerhalb sehr weiter Grenzen vor sich geht. Die Thatsache, dass schon ganz schwache elektromotorische Kräfte die Zersetzung von angesäuertem Wasser bewirken, hat Helmholtz durch Convectionsströme erklärt. Neuerdings jedoch glaubte Arons aus seinen Versuchen schliessen zu dürfen, dass dieser Vorgang in der verschiedenen elektrischen Ladung der Ionen seinen Grund habe. Nach ihm soll nämlich in den Elektrolyten eine unendlich grosse Zahl verschieden starker Bindungen nebeneinander bestehen, und demgemäss müssten selbst bei Anwendung der geringsten Kräfte einzelne Ionen in der Lage sein, in freiem Zustande aufzutreten.

Diese Ansicht ist durch die Arbeit von Le Blanc: »Ueber die elektromotorischen Kräfte der Polarisation«, Zeitschr. f. physik. Chemie, S. 299, zu Fall gebracht worden. Derselbe wies unzweideutig nach, dass die Höhe der elektrischen Ladung für alle gleichartigen Ionen völlig identisch und der Zersetzungspunkt eines Elektrolyst infolgedessen scharf bestimmbar ist.