

Ueber die Bestimmung der Chromsäure. Wolcott Gibbs*) hat drei der bekanntesten Methoden zur Bestimmung der Chromsäure einer neuen Prüfung unterworfen und zwar:

1) Die Bestimmung durch Fällung mit salpetersaurem Quecksilberoxydul, Glühen des Niederschlages und Wägen des hinterbleibenden Chromoxyds.

2) Die Bestimmung als chromsaures Bleioxyd.

3) Die Bestimmung in Form von chromsaurem Baryt.

Ich entnehme seinen Mittheilungen Folgendes:

Zu 1. Gibbs empfiehlt die Fällung der Chromsäure durch salpetersaures Quecksilberoxydul in der Siedhitze auszuführen, wodurch man einen prächtig scharlachrothen sehr krystallinischen Niederschlag erhält, welcher sich leicht auswaschen lässt. Das Auswaschen geschieht mit heissem Wasser, dem, wie üblich, etwas salpetersaures Quecksilberoxydul zugesetzt ist. Versuche des Verfassers nur mit kaltem oder heissem Wasser auszuwaschen führten zu schlechten Resultaten. Das zu verwendende salpetersaure Quecksilberoxydul muss ganz frei von salpetriger Säure sein, weil andernfalls ein Theil der Chromsäure reducirt werden würde. Durch Auflösen von reinem Quecksilber in Salpetersäure in einem offenen Gefässe und 2—3maliges Umkrystallisiren des erhaltenen Salzes aus verdünnter Salpetersäure, welche man durch einen Strom von Luft oder Kohlensäure völlig von salpetriger Säure befreit hat, erhält man ein sehr gutes Präparat.

Zu 2. Der Verfasser spricht sich gegen die Bestimmung der Chromsäure als chromsaures Bleioxyd aus, weil letzteres oft durch's Filter gehe.

Zu 3. Verfasser empfiehlt mit essigsaurem Baryt in der Siedhitze zu fällen, der Flüssigkeit etwas Alkohol zuzusetzen, mit Wasser, welches $\frac{1}{12}$ seines Volums Alkohol enthält, zu waschen und zu glühen. Verfasser hat auch einige Versuche gemacht, bei welchen er dem Waschwasser keinen Alkohol zusetzte, dieselben lieferten aber sämmtlich etwas zu niedrige Zahlen. Ehe man anfängt zu filtriren muss man den Niederschlag von chromsaurem Baryt sich vollständig absetzen lassen, so dass die darüber stehende Flüssigkeit absolut klar erscheint. Das Filtrat trübt sich niemals, selbst dann nicht, wenn alle löslichen Salze ausgewaschen sind.

*) Americ. Journ. of Science and Arts, vom Verf. als Separatabdruck eingesandt.

Den Niederschlag auf ein gewogenes Filter zu bringen, hält Verfasser nicht für nöthig; die Filterasche reducirt allerdings immer einen geringen Theil der Chromsäure, der dadurch bedingte Verlust ist aber verschwindend klein.

Zur Trennung des Chroms vom Uran hat Wolcott Gibbs*) folgende Methoden vorgeschlagen:

Ist das Chrom als Chromsäure neben Uranoxyd vorhanden, so fällt man die Chromsäure mittelst einer Lösung von salpetersaurem Quecksilberoxydul in der Siedhitze, filtrirt den erhaltenen Niederschlag ab, wäscht ihn, wie üblich, mit Wasser, dem man etwas salpetersaures Quecksilberoxydul zugesetzt hat, aus, wägt ihn zur Bestimmung des Chroms und bestimmt im Filtrate das Uran nach einer der gebräuchlichen Methoden. Das beschriebene Verfahren ist nur dann anwendbar, wenn Chlor oder Schwefelsäure nur in kleinen Mengen zugegen, andere Säuren dagegen wie z. B. Phosphorsäure, welche ein unlösliches Quecksilbersalz bilden, das sich beim Glühen nicht völlig verflüchtigt, gar nicht vorhanden sind. Bei Gegenwart von Chlor, Schwefelsäure etc. empfiehlt der Verfasser folgendermaassen zu operiren. Die Lösung wird einige Minuten lang mit einem kleinen Ueberschuss von Natronhydrat gekocht, der entstandene Niederschlag von Uranoxyd-Natron abfiltrirt und mit heissem Wasser, welches etwas Natronhydrat enthält, gewaschen, bis der letztablaufende Tropfen in einer Lösung von salpetersaurem Quecksilberoxydul keinen Niederschlag mehr hervorbringt. Das Uranoxydnatron wird dann in Salzsäure gelöst und in dieser Lösung das Uran bestimmt wie gewöhnlich. Im Filtrate ist alles Chrom als chromsaures Natron enthalten; man kann nach Ansäuern mit Salzsäure die Chromsäure durch Kochen mit einer Lösung von salpetrigsaurem Natron oder Kali reduciren und als Chromoxyd in gewohnter Weise wägen. Verfasser zieht ein salpetrigsaures Alkali dem Alkohol zum Reduciren der Chromsäure deshalb vor, weil es ein Fällen des Chromoxydes direct nach der Reduction zulässt.

Für den Fall, dass Chromoxyd und Uranoxyd in einer Lösung neben einander vorkommen, rath der Verfasser zu folgender Trennungsmethode. Die Lösung wird mit Natronhydrat in geringem Ueberschusse versetzt und zum Sieden erhitzt. Zu dieser heissen Flüssigkeit fügt man dann

*) Als Separatabdruck aus dem Am. Journ. of Science and Arts vom Verf. mitgetheilt.