

276. F. P. Treadwell: Zur Bestimmung des Chroms.

(Eingegangen am 9. Juni; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

In diesen Berichten XII, 2223 theilt Hr. Th. Wilm die merkwürdige Beobachtung mit, dass die Bestimmungen des Chroms in Form von Chromoxyd stets viel zu hoch ausfallen, wenn die Fällung mit Ammoniak in Glasgefässen¹⁾ vorgenommen wird. Bei der Analyse des Kaliumbichromates fand er die Menge des Chroms bedeutend zu gross, ja der Fehler erhob sich bis zu 6 pCt., wie folgende von ihm publicirte Zusammenstellung zeigt.

Hr. Wilm fand im Kaliumbichromat:

	I.	II.	III.	IV.	V.	Berechnet
Cr ₂ O ₃	55.76	57.89	53.92	55.32	54.92	51.82

Da die Analyse des Kaliumbichromates im hiesigen Laboratorium regelmässig als Uebungsarbeit von den Praktikanten ausgeführt wird, so musste mich diese Angabe aufs lebhafteste interessiren. Ich habe nun, theils allein, theils in Gemeinschaft mit den zuverlässigsten Analytikern unter den Schülern des Laboratoriums, eine Anzahl von Analysen reinen Kaliumbichromats ausgeführt, allein ich konnte die Beobachtung des Hrn. Wilm nicht bestätigen. Ich fand vielmehr, dass bei sorgfältigem Arbeiten unter ausschliesslicher Verwendung von Glasgefässen (Bechergläsern) ganz genaue Resultate erhalten werden.

Die Analysen wurden folgendermaassen ausgeführt:

Eine abgewogene Menge (ca. 0.4 g) Kaliumbichromats wurde mit concentrirter Salzsäure in einem Glaskölbehen von ca. 200 ccm Inhalt bis auf ein sehr kleines Volumen eingedampft und mit Wasser in ein Becherglas gespült; die verdünnte Lösung wurde zum Kochen erhitzt und tropfenweise unter Vermeidung eines Ueberschusses mit verdünntem Ammoniak gefällt.

Dann wurde rasch abfiltrirt und solange mit heissem Wasser ausgewaschen, bis das Filtrat mit Silbernitrat keine Fällung mehr erzeugte. Das Chromoxyd wurde vor dem Gebläse bis zum constanten Gewichte geglüht.

Belege:

Analyse der Kaliumbichromates:

	Gefunden							Berechnet
	I.	II.	III.	IV.	V.	VI.	VII.	
Cr	35.48	35.49	35.46	35.46	35.47	35.47	35.56	35.54

Die Angabe des Hrn. Wilm, dass das zur Wägung gebrachte Chromoxyd an Wasser etwas chromsaures Salz abgebe, kann ich dagegen bestätigen; die gefundenen Zahlen beweisen aber, dass diese

¹⁾ Vgl. auch Souchay, Zeitschr. f. analyt. Chemie IV (1865), 66.

Mengen, die ich qualitativ sicher nachweisen konnte, nicht wägbare sind, resp. innerhalb der üblichen Fehlergrenzen sehr genauer Analysen liegen. Diese stets gefundenen Spuren von Chromat waren indessen bei meinen Versuchen nicht Calcium-, sondern Kaliumchromat, wie spectralanalytisch sicher nachgewiesen wurde. Sie stammen offenbar aus dem analysirten Kaliumbichromat selbst. Es ist ja eine oft beobachtete Thatsache, dass Niederschläge von der Beschaffenheit des Chromoxydhydrats Spuren von Alkalien hartnäckig zurückhalten.

Dass der Fehler der Analysen des Hrn. Wilm von aufgelöstem Glas herrührt, halte ich für unwahrscheinlich. Wenn man nämlich die Fällung mit Ammoniak nicht im Becherglas, sondern in einer Platinschale vornimmt, so findet man in dem geglühten und gewogenen Chromoxyd ebenfalls deutlich nachweisbare Spuren von Chromat, und zwar in nicht geringerer Menge wie beim Arbeiten in Glasgefäßen. Um während des ganzen Versuchs jede Anwendung von Glas auszuschliessen, führte ich eine Operation von Anfang bis zu Ende im Platingefäß aus. Ich reducirte eine Portion Kaliumbichromat in einer Platinschale mit schwefeliger Säure, welche durch ein Platinrohr eingeleitet wurde und fällte die zum Kochen erhitzte Chromoxydlösung in der Platinschale mit Ammoniak; letzteres war erhalten durch Einleiten von Ammoniakgas mittelst eines Platinrohrs in destillirtes Wasser, das sich in einem Platintiegel befand. Das auf diese Art erhaltene Chromoxyd zeigte nach dem Glühen eben so deutlich wie bei den anderen Versuchen die Anwesenheit von Chromat Spuren.

In welcher Weise sich die Differenzen in den Resultaten von Hrn. Wilm und mir erklären, vermag ich nicht zu sagen; es wäre vielleicht möglich, dass Hr. Wilm bei seinen Versuchen eine leichter angreifbare Glassorte benutzt hat, wie ich. Ich will deshalb nicht unterlassen hinzuzufügen, dass die von mir gebrauchten Bechergläser aus der Hütte der Compagnie Siegwart in Hergyswyl am Vierwaldstädter See stammen.

Zürich, Laboratorium des Prof. V. Meyer.

277. Hugo Schiff: Ueber Acroleïnarnstoff.

(Eingegangen am 12. Juni; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Unter dieser Aufschrift beschreibt Hr. A. R. Leeds (diese Berichte XV, 1159) das Acrylureid $\text{CO}(\text{NH})_2\text{C}_3\text{H}_4$ und bespricht dabei eine meiner früheren Mittheilungen über diesen Gegenstand (Ann. Chem. Pharm. 151, 203) in einer Weise, welche mich vermuthen lässt, dass ihm nicht das Original, sondern vielleicht nur ein unrichtiger Auszug vorgelegen habe; anderenfalls wäre er gewiss nicht in die