

**525. B. Pawolleck: Zur titrimetrischen Bestimmung des Chromoxydes.**

(Eingegangen am 2. December; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Es kommen in Handel und Technik häufig Chromoxydsalzlauge und Chromoxydhydrate zur Untersuchung beziehungsweise Bestimmung ihres Chromgehaltes, die eine einfache Methode wünschenswerth erscheinen lassen, sie unter Umgehung der Ueberführung in chromsaures Salz durch Aufschliessen mit dem Kali-Natron-Gemisch in titrimetrische Form zu bringen.

Eine solche Methode, die meines Wissens bisher noch nicht in der Praxis angewandt wurde, benutze ich seit längerer Zeit, nachdem ich sie gegen andere Methoden controlirt und durch vorzügliche Uebereinstimmungen ihre Brauchbarkeit festgestellt hatte. Sie beruht darauf, dass Chromoxyd durch Salpetersäure und chloresaures Kali schnell und glatt in Chromsäure übergeführt wird und kalte verdünnte Salpetersäure bekanntlich ohne jede oxydirende Wirkung auf Eisenoxydulsalz ist. Die Ausführung ist folgende: Man bringt die zu untersuchende gewogene Substanz (mit circa 0.3—0.5  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) in einen Erlenmeyer'schen Kolben, löst in circa 25 ccm Salpetersäure (1.40 spec. Gewicht) und fügt nach und nach bei gelindem Kochen Krystalle von chloresaurem Kali zu, bis die Flüssigkeit die reine rothgelbe Farbe einer Chromsäurelösung angenommen hat. Für obige Menge  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  wird man mit 2 g ausreichen.

Man kocht so lange, bis alle Zersetzungsprodukte des chloresauren Kali verjagt sind, lässt erkalten, verdünnt mit 3—400 ccm Wasser und titrirt mit der Eisenoxydulammon-Lösung wie gewöhnlich. Anfangs empfiehlt es sich, durch Uebersättigen mit Ammoniak sich davon zu überzeugen, ob noch Chromoxyd der Oxydation entgangen ist, nach einigen Bestimmungen erkennt das Auge das Ende der Reaktion mit Sicherheit.

Die Operation muss im Abzug geschehen und darf man nicht zur Ableitung der Chlorprodukte Stopfen mit Glasrohr anwenden, weil diese fast immer durch kleine, wenn auch ganz ungefährliche Explosionen abgeworfen werden, während im offenen Kolben dieselben nicht eintreten. Hat man sehr verdünnte Chromoxydlaugen zu untersuchen oder zum Abspritzen der Substanz viel Wasser gebraucht, so ist es zweckmässig, vor dem Zusatz der Salpetersäure durch Verkochen im Kolben selbst auf ein kleines Volumen einzuengen, weil die Oxydation sonst zu sehr verlangsamt würde, die, wenn das Verhältniss nicht mehr als 1 Theil Wasser auf 2 Theile Salpetersäure beträgt, in

circa 10 Minuten beendet sein kann. Bei häufig wiederkehrenden Bestimmungen kann man sogar die erfahrungsmässig genügende Menge chlorsaures Kali auf einmal zusetzen, muss dann aber langsam zum Kochen bringen der sonst zu stürmischen Einwirkung wegen. — Selbst für geglühtes, in Säuren unlöslich gewordenes Chromoxyd ist diese Methode anwendbar, nur vollzieht sich die Oxydation etwas schwieriger.

Von den Hunderten in unserem Laboratorium ausgeführten Analysen seien einige Belegbestimmungen angeführt:

Chromoxyd-Pâte, bestehend aus Chromoxyd, Gyps, Kalk und Wasser:

a) durch Aufschliessen mit kohlen-saurem Natronkali	b) durch die Salpetersäure- methode
1) $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 9.30	9.26 pCt.
2) » 9.81	9.79 »
3) » 8.65	8.64 »
Chromalaunlauge	(Gehalt pro 1 L)
4) 20.37	23.39 g
5) 24.56	24.51 »

Schliesslich möchte ich bei dieser Gelegenheit noch eine Bemerkung zufügen über die Haltbarkeit der titrirten Lösungen des sogenannten Mohr'schen Salzes. Dieselbe ist eine fast unbegrenzte zu nennen, wenn man das Auflösen des Salzes durch einen kräftigen Kohlensäurestrom bewirkt und die mit einem Heberrohr versehene Vorrathsflasche andererseits mit einem constanten Kohlensäureentwicklungsapparat (Kipp) verbindet und auf diese Weise den Zutritt von Sauerstoff absolut ausschliesst. Das wohl übliche Ueberschichten der Lösung mit Petroleum oder Benzol ist werthlos.

So hat sich z. B. eine empirische Lösung von 6 kg Mohr'schen Salzes auf einen Ballon Wasser in 4 Monaten bei täglichem Verbrauch wie folgt geändert:

den 20. Juni	1 ccm = 0.011100 $\text{Cr}_2\text{K}_2\text{O}_7$ ,
» 25. Novbr.	1 » = 0.011098 »