

Zwecke d mit einer am Ende rechtwinkelig gebogenen Capillarröhre und diese mit der bis zum 0-Punkt gefüllten Hempel'schen Bürette, lässt durch Heben des einen Schenkels derselben das Wasser bis zu dem Punkte x in das T-Rohr eintreten und saugt durch Senken des anderen Theiles der Bürette das Gasvolumen ein. Das Einstellen und das Analysiren des Gases geschieht auf die bekannte Weise. Nachdem man die Probe so gezogen hat und ehe man noch zum Analysiren des abgemessenen Gases übergeht, schliesst man sofort wieder e, öffnet b'' und g und führt auf diese Weise einen ununterbrochenen Gasstrom durch c, dem man zu jeder Zeit Proben entnehmen kann.

---

## Zur Bestimmung des Schwefels im Eisen.

Von

**L. Blum.**

Vor einiger Zeit veröffentlichte Marce! Lucion\*) eine Mittheilung betreffend die Fällung der Schwefelsäure durch Chlorbaryum bei Gegenwart von freiem Brom. Verfasser gelangt zum Schluss, dass die Gegenwart des Broms ohne Einfluss auf die Bestimmung der Schwefelsäure sei; dass dessen vorherige Verjagung durch Abdampfen vor der Fällung mit Chlorbaryum demnach überflüssig sei. Die Lucion'sche Mittheilung bezweckt also eine Zeitersparniss, welche man sich, nach der Allgemeinheit zu urtheilen, in welcher dieselbe gehalten ist, augenscheinlich auch für die Bestimmung des Schwefels im Eisen zu Nutzen machen kann. Dies ist aber für gewisse Eisensorten nicht der Fall.

Bekanntlich entwickeln die chemisch gebundenen Kohlenstoff enthaltenden Eisenarten beim Behandeln mit Salzsäure Kohlenwasserstoffe, welche beim Durchstreichen der mit Bromsalzsäure gefüllten Vorlage Veranlassung zur Bildung von gebromten Kohlenstoffverbindungen — Brompropylen nach Cloëz\*\*) — geben, welche sich in fettigen Tropfen abscheiden.

Fällt man aus dem Inhalt der Vorlage ohne vorheriges Abdampfen die Schwefelsäure als Baryumsulfat, so ist der Niederschlag mit den erwähnten Bromverbindungen, welche sich auch durch Kochen nicht aus-

---

\*) Chemiker-Zeitung **12**, 427 (1888).

\*\*) Ber. d. deutsch. chem. Gesellschaft z. Berlin. **7**, 823.

treiben lassen, vermengt. Es wird dadurch die Richtigkeit der Resultate zwar nicht beeinträchtigt, wohl aber tritt in Folge Verstopfens der Filterporen eine solche Verzögerung der Filtration ein, dass die durch Umgehen des Abdampfens erhoffte Zeitersparniss sich als ganz illusorisch erweist. Meine Erfahrungen über diesen Gegenstand erstrecken sich auf Schwefelbestimmungen in weissem und melirtem Roheisen und ich bin zur Ueberzeugung gelangt, dass man bei Einhaltung der alten Vorschrift — Abdampfen bis auf einen kleinen Rest — am schnellsten zum Ziele gelangt. In diesem Falle bleiben die erwähnten Bromverbindungen als klebrig-harziger Ueberzug in der Abdampfschale zurück, aus welcher sie durch Abwaschen mit Aether leicht entfernt werden können.

Da man bei Schwefelbestimmungen nicht nur mit Bromwasser, sondern mit einer Auflösung von Brom in mehr oder minder concentrirter Salzsäure arbeitet, so lässt sich noch ein anderer Einwand gegen den Lucion'schen Vorschlag erheben. Nach Fresenius\*) erhöht Chlorwasserstoffsäure die Löslichkeit des Baryumsulfates sehr erheblich, weshalb von ihm Abdampfen der Hauptmenge nach, oder Abstumpfen des grössten Theiles der freien Säure mit reinem kohlensaurem Natron vor der Fällung vorgeschrieben wird. Dieser Umstand ist bei genauen Bestimmungen wohl in Betracht zu ziehen; er musste Lucion entgehen, weil er seine Versuche, die er als Belege mittheilt, nur mit gesättigtem Bromwasser ausführte.

Esch a. d. Alzette, 17. Januar 1890.

## Eine Verunreinigung des käuflichen Chlorbaryums.

Von

**L. Blum.**

Ein von einer renommirten Präparatenfabrik Deutschlands bezogenes »chemisch reines Chlorbaryum« erwies sich als stark Chamäleonlösung reducirend. Wahrscheinlich ist zur Darstellung des betreffenden Salzes ein bei der Wasserstoffsperoxyddarstellung als Nebenproduct gewonnenes Chlorbaryum angewandt worden, so dass entweder noch geringe Mengen unzersetztes Baryumsperoxyd darin vorhanden waren, oder auch, dass die Baryumchloridkrystalle Theilchen von Wasserstoffsperoxyd eingeschlossen hielten.

\*) Diese Zeitschrift 9, 61 u. f.