

streifen, der sich sehr gut mit den Theilstrichen einstellen läßt, wodurch ein scharfes Ablesen möglich ist. Nach dem Gebrauch füllt man die Bürette

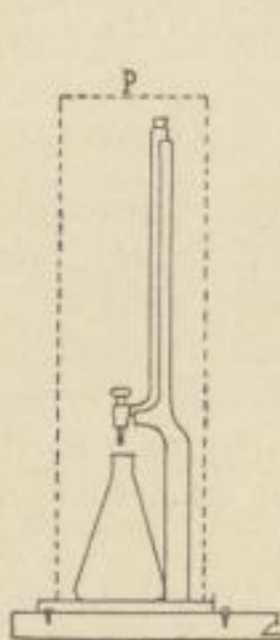


Fig. 2.



Fig. 3.

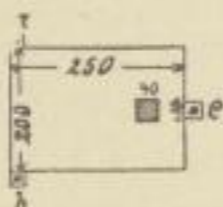


Fig. 4.

bis über den Nullpunkt mit Titerlösung, verschließt dieselbe mit einem Gummistopfen und stülpt über das Gestell eine weite, oben geschlossene Röhre von Pappe (*P*). Hierdurch wird die Lösung in der Bürette vor Verdunstung sowie vor Zersetzung durch Licht geschützt, und steht dieselbe jederzeit zum Gebrauche fertig.

Ausführung der Titration.

Nehmen wir als Beispiel die Titration eines Spiegeleisens. In der Regel titriren wir 2 Proben: Nr. I als Vorprobe und Nr. II als maßgebende Probe. Wir lösen je 1 g Spiegeleisen in einer kleinen Kochflasche (oder in einem, mit einem Uhrglase bedeckten, Becherglase, oder in einem kleinen hohen Erlenmeyerschen Kölbchen etwa 75 mm Bodendurchmesser und 200 mm Höhe) in etwa 20 cc Salzsäure (1,19) unter Erwärmen im Digestorium und fügen nach erfolgter Lösung etwa 1 g Kaliumchlorat hinzu. Sobald alles Metall gelöst und der Chlorgeruch soweit verschwunden ist, daß er beim Filtriren nicht mehr belästigt, verdünnen wir mit dest. Wasser, filtriren in eine geräumige flache Porzellanschale, waschen Glas und Filter mit warmem salzsaurem Wasser (etwa 30 cc Salzsäure pro 1 l Wasser) gut aus, geben etwa 20 cc Salzsäure und etwa 3 g Kaliumchlorat hinzu, bedecken mit einem Uhrglase und erwärmen im Digestorium. Nachdem die Chlorentwicklung aufgehört hat, lüften wir das Uhrglas durch einen Glasstab und engen die Flüssigkeit auf etwa 100 cc ein, gießen dieselbe durch einen Trichter ohne Filter in einen E,* waschen Schale und Trichter mit Wasser nach, kochen kurze Zeit auf, um etwa noch vorhandenes Manganoxyd in Oxydul überzuführen, geben dann in Wasser fein aufgeschlemmtes Zinkoxyd (indifferent gegen Kaliumpermanganat: Zinc. oxyd. v. sicc. par. bei Luftzutritt unter Umrühren gut ausgeglüht) in kleinen

* E bedeutet jedesmal eine Erlenmeyersche Kochflasche von 1 l Inhalt.

Portionen unter jedesmaligem gutem Umschütteln hinzu, bis eben alles Eisenoxyd ausgefällt ist. Dieser Punkt markirt sich dadurch, daß der Eisenniederschlag plötzlich gerinnt. Obschon alsdann die über dem Niederschlage stehende Flüssigkeit noch bräunlich gefärbt erscheint, so wird dieselbe doch in der Regel nach tüchtigem Umschütteln und Erwärmen wasserklar. Sollte dies nicht eintreten, so fügen wir noch vorsichtig in kleinen Portionen Zinkoxyd unter Umschütteln und Erwärmen zu, bis wir eine wasserhelle Lösung erhalten. Der Eisenniederschlag darf nicht viel Zinkoxyd enthalten, also hell gefärbt erscheinen, sondern er muß die dunkelbraune Farbe des Eisenoxydhydrats zeigen, die über demselben stehende Flüssigkeit muß wasserklar und nicht milchig getrübt sein. Ein geringer Ueberschuß von Zinkoxyd (namentlich compacte Stückchen) beeinflusst das Resultat nicht, ein größerer aber führt zu einem zu niedrigen Resultate; außerdem läßt sich die Endreaction in einer milchigen Flüssigkeit schlecht beurtheilen. Die milchige Trübung nehmen wir durch vorsichtigen Zusatz von verdünnter Salzsäure unter Erwärmen und Umschütteln weg und bringen alsdann das Volumen der Flüssigkeit auf etwa 400 cc (dieses Volumen halten wir bei allen Titrationen annähernd fest). Es geschieht dies sehr einfach in der Weise, daß wir in einen E 400 cc Wasser geben, ihn an einen Fuß des unten beschriebenen Stuhles stellen und an diesem eine Marke (Feilstrich) in der Höhe des Flüssigkeitsspiegels anbringen (Fig. 5). Da die von derselben Firma bezogenen E in ihrer Form und Inhalt ziemlich übereinstimmen, so wird die Flüssigkeit, die auf diese Weise in einem E bis zur Marke aufgefüllt wird, stets ungefähr 400 cc betragen. Wir erwärmen auf etwa 80° C. und lassen nun zur



Fig. 6.

Fig. 5.

Vorprobe Nr. I aus der Chamäleonbürette einige cc weniger Titerlösung zufließen, als wir voraussichtlich gebrauchen, schütteln tüchtig um und lassen den Niederschlag nur soweit absitzen, daß wir die Färbung der Flüssigkeit beurtheilen können. (Wir legen zu dem Ende den E auf einen Stuhl, wie ihn obenstehende Skizze zeigt [Fig. 6]). Dann lassen wir weiter je 1 cc Titerlösung zufließen und operiren, wie eben beschrieben, bis die Flüssigkeit nach wiederholtem Umschütteln geröthet bleibt. In der Regel fällt hierbei die Röthung ziemlich stark aus. Nehmen wir an, wir hätten bei 23 cc eine starke Röthung erhalten, so lassen wir zu Probe Nr. II, der maßgebenden Probe, gleich 22 cc