

Zweiter Abschnitt.

Die Reagentien.

§. 55.

Hinsichtlich dessen, was von den Reagentien im Allgemeinen zu sagen ist, verweise ich auf das in meiner „Anleitung zur qualitativen Analyse“ dem gleichnamigen Abschnitte Vorausgeschickte. Hier sollen nur die zur Gewichtsbestimmung oder Trennung der Körper hauptsächlich in Anwendung kommenden chemischen Substanzen mit Angabe ihrer Darstellung und Prüfung, sowie mit Hervorhebung der wichtigsten Zwecke, zu denen sie dienen, aufgeführt werden. — Da die meisten derselben auch bei der quantitativen Analyse in Anwendung kommen und demnach in Bezug auf die angeführten Punkte bereits abgehandelt sind, so genügt es bei sehr vielen derselben, nur die Namen zu nennen.

Wir betrachten die zur quantitativen Analyse dienenden Reagentien unter folgenden Rubriken:

- A. Reagentien zur Gewichtsanalyse auf nassem Wege.
- B. Reagentien zur Gewichtsanalyse auf trockenem Wege.
- C. Reagentien zur Maassanalyse.
- D. Reagentien zur organischen Elementaranalyse.

Die Bereitung der bei Maassanalysen erforderlichen Probedüssigkeiten, sowie der bei Gasanalysen anzuwendenden Absorptionskugeln wird erst da besprochen, wo von ihrer Anwendung die Rede ist.

A. Reagentien zur Gewichtsanalyse auf nassem Wege.

I. Einfache Lösungsmittel.

§. 56.

1. Destillirtes Wasser (s. qual. An.).

Man sehe wohl darauf, dass es hinlänglich rein sei. — Aus Glasgefäßen destillirtes Wasser ist zu manchen Zwecken, z. B. zur genauen

Bestimmung der Löslichkeit schwer löslicher Substanzen, nicht anwendbar, da es beim Abdampfen in einer Platinschale ein wenig Rückstand hinterlässt (vergl. Vers. Nr. 5). Zu manchen Anwendungen muss das Wasser durch Auskochen von Luft und Kohlensäure befreit werden.

2. Alkohol (s. qual. An.).

Man bedarf sowohl absoluten Alkohols, als auch rectificirten wasserhaltigen Weingeistes von verschiedener Stärke.

3. Aether.

Man kann den gewöhnlichen officinellen Aether geradezu gebrauchen. — Er findet als Lösungsmittel höchst beschränkte Anwendung. Häufiger wird er dem Weingeist zugemischt, um dessen Auflösungsfähigkeit für gewisse Körper (z. B. Platinsalmiak) zu vermindern.

II. Säuren und Halogene.

a. Sauerstoffsäuren.

§ 57.

1. Schwefelsäure.

Man bedarf

- a. Concentrirte käufliche, sogenannte englische Schwefelsäure.
- b. Concentrirte reine Schwefelsäure.
- c. Verdünnte Schwefelsäure.

In Betreff aller vergleiche die qualitative Analyse.

2. Salpetersäure.

Man bedarf

- a. Reine Salpetersäure von 1,2 specif. Gewicht (s. qual. An.).
- b. Untersalpetersäurehaltige concentrirte Salpetersäure (rothe rauchende Salpetersäure).

Bereitung. Man bringt in eine geräumige Retorte 2 Theile reinen trockenen Salpeter, giesst durch den Tubulus, oder (sofern man eine nicht tubulirte Retorte genommen hat) mittelst eines langen, unten gebogenen Trichterrohrs durch den Hals derselben, vorsichtig, und so, dass dieser nicht beschmutzt wird, 1 Thl. Schwefelsäurehydrat darauf, verbindet die in eine mit Sand, besser noch mit Eisendrehspänen, gefüllte Capelle eingesetzte Retorte nicht völlig luftdicht, mit einer Vorlage und destillirt bei allmählich verstärktem Feuer und gut abgekühlter Vorlage bis zur Trockne. Bei Darstellung kleinerer Mengen stellt man die Retorte frei auf ein Drahtnetz und heizt mit glühenden Kohlen. Es ist alsdann sehr zweckmässig, die Retorte durch wiederholtes Bestreichen mit dünnem

Lehmbrei zu beschlagen. Dem zum Anrühren des Lehmes bestimmten Wasser setzt man ein wenig kohlen-saures Natron oder Borax zu.

Prüfung. Die rothe rauchende Salpetersäure muss möglichst concentrirt und völlig frei von Schwefelsäure sein. Zur genauen Prüfung auf letztere verdampfe man einige Cubikcentimeter der Säure in einem Porzellanschälchen fast ganz, verdünne den Rückstand mit Wasser, füge etwas Chlorbaryumlösung zu und beobachte, ob auch nach längerem Stehen kein Niederschlag entstanden ist.

Anwendung. Sie dient als kräftiges Oxydations- und Auflösungs-mittel, namentlich zur Ueberführung des Schwefels und der Schwefel-metalle in Schwefelsäure und schwefelsaure Salze.

3. Essigsäure (s. qual. An.).

4. Weinsteinsäure (s. qual. An.).

b. Wasserstoffsäuren und Halogene.

§. 58.

1. Chlorwasserstoffsäure.

Man bedarf

a. Reine Salzsäure von 1,12 specif. Gewicht (s. qual. An.).

b. Reine rauchende Salzsäure von etwa 1,18 specif. Gewicht.

Bereitung. Man stellt dieselbe nach der in der qualitativen Analyse angegebenen Vorschrift dar, schlägt aber auf 4 Thle. Kochsalz nicht 6, sondern nur 3 bis 4 Thle. Wasser vor und sorgt für recht gute Abkühlung. Sobald die Gasleitungsröhre anfängt heiss zu werden, wechselt man die Vorlage, weil von jetzt an kein Chlorwasserstoffgas, sondern dampfförmige wässerige Salzsäure übergeht, welche, wenn sie zu der erst entstandenen rauchenden Säure flösse, diese schwächer machen würde.

Prüfung. Die rauchende Salzsäure muss wie die verdünnte in vielen Fällen vollkommen frei sein von Chlor, wie von schweflicher Säure. Man prüft sie auf diese Verunreinigungen nach den in der qualitativen Analyse angegebenen Methoden. — Genaue Prüfung auf Schwefelsäure ist nach der bei der Salpetersäure angegebenen Weise auszuführen.

Anwendung. Die rauchende Salzsäure wirkt weit kräftiger als die verdünnte und wird statt dieser angewandt, wenn man eine rasche und energische Wirkung wünscht.

2. Fluorwasserstoffsäure.

Man gebraucht solche bald gasförmig, bald in wässriger Lösung zur Zersetzung kiesel-saurer und borsaurer Salze. Im ersten Falle bringt

man die zu zersetzende Substanz in die Bleibüchse, in welcher man das Fluorwasserstoffgas entwickelt, im letzteren gilt es, zunächst wässrige Flusssäure zu bereiten. Als Material dient entweder Flussspath oder besser Kryolith (Luboldt*). Beide werden im fein gepulverten Zustande mit von überschüssigem Wasser freiem Schwefelsäurehydrat zersetzt. Auf 1 Thl. Kryolith sind 2,5 Thle., auf 1 Thl. Flussspath 2 Thle. Schwefelsäurehydrat zu verwenden. Bei Anwendung des letzteren lässt man das Gemenge unter öfterem Durcharbeiten einige Tage an einem trockenen Orte stehen, damit sich zunächst die im Flussspath meist enthaltene Kieselsäure als Fluorkieselgas verflüchtigt. — Zweckmässige Destillationsapparate sind neuerdings von Luboldt (a. a. O.) und von H. Briegleb**) beschrieben worden. Der letztere empfiehlt sich namentlich auch durch relativ billigen Preis. Er besteht aus einer bleiernen Retorte, deren Bleihelm abnehmbar ist und aufgekittet werden kann. Die dazu gehörige Vorlage ist eine Büchse aus Blei, mit einem seitlichen Tubulus, in welchen der Retortenhals einmündet, ohne innen weit vorzustehen. Der Deckel der Vorlage ist kegelförmig erhöht und trägt auf seinem obersten Theile eine Luftableitungsröhre von Blei. In die Vorlage setzt man eine Wasser enthaltende Platinschale, verkittet alle Fugen und erhitzt die Retorte vorsichtig im Sandbad. Die in der Platinschale entstehende wässrige Flusssäure ist vollkommen rein. Die geringe Menge unreiner Flusssäure, welche sich auf dem Boden der Vorlage vorfindet, wird verworfen. — Die Flusssäure muss sich, in einer Platinschale auf dem Wasserbade erhitzt, ohne Rückstand verflüchtigen. Mit Kali neutralisirt liefert reine Flusssäure keinen Niederschlag, während sich Kieselfluorkalium ausscheidet, wenn die Fluorwasserstoffsäure Kieselflusssäure enthält. — Man bewahrt die Flusssäure am besten, nach Städeler's Vorschlag, in Gutta-Percha-Flaschen auf. — Bei der Darstellung der Flusssäure muss die grösste Vorsicht angewendet werden, weil sowohl die flüssige als die gasförmige Fluorwasserstoffsäure zu den schädlichsten Substanzen gehört.

3. Chlor und Chlorwasser (s. qual. An.).
4. Königswasser (s. qual. An.).
5. Kieselfluorwasserstoffsäure (s. qual. An.).

c. *Sulfosäuren.*

1. Schwefelwasserstoff (s. qual. An.).

*) Journ. für prakt. Chem. 76. 330.

**) Annal. d. Chem. u. Pharm. 111. 380.

III. Basen und Metalle.

a. Sauerstoffbasen und Metalle

§. 59.

α. Alkalien.

1. Kali und Natron (s. qual. An.).

Man kommt in den Fall, die drei Sorten der dort angegebenen kaustischen Alkalien zu gebrauchen, d. h. gewöhnliche Natronlauge, mit Alkohol gereinigtes Kalihydrat und mit Baryt bereitete Kalilauge. Auch durch halbstündiges Rothglühen eines geschichteten Gemenges von 1 Thl. Salpeter mit 2 bis 3 Thln. zerschnittenem Kupferblech in einem Kupfertiegel, Behandeln der Masse mit Wasser und Abnehmen der klar abgesetzten Lauge mit einem Heber erhält man reine Kalilauge (Wöhler).

2. Ammon (s. qual. An.).

β. Alkalische Erden.

1. Baryt (s. qual. An.).

Die kürzlich von Fr. Mohr*) angegebene Methode zur Bereitung von Barytkrystallen (Fällung einer Lösung von salpetersaurem Baryt mit Natronlauge) kann ich nicht empfehlen, wenn es sich darum handelt, Baryt darzustellen, der zu analytischen Zwecken, also z. B. zum Fällen der Magnesia bei ihrer Trennung von Alkalien, zum Aufschliessen von Silicaten etc. dienen soll, indem durch einen Natrongehalt desselben, der sich bei dieser Darstellungsweise nicht wohl vermeiden lässt, grosse Irrthümer entstehen können.

2. Kalk.

Man gebraucht denselben als in Wasser aufgeschlämmtes Hydrat (Kalkmilch) namentlich zur Scheidung der Magnesia etc. von den Alkalien. Da somit die Kalkmilch keine Spur der letzteren enthalten darf, so nimmt man erstens zur Darstellung der Kalkmilch möglichst reinen Kalk (gebrannten weissen Marmor) und wäscht ferner das aufgeschlämmte Hydrat durch wiederholtes Auskochen mit erneuten Mengen destillirten Wassers vollkommen aus. Diese Operation geschieht am besten in einer Silberschale. Nach dem Erkalten hebt man die Kalkmilch in einer gut verschlossenen Flasche auf.

γ. Schwere Metalle und Oxyde derselben.

§. 60.

1. Zink.

Das Zink ist in der letzteren Zeit ein vielgebrauchtes Reagens in der quantitativen Analyse geworden. Es dient namentlich zur Reduction

*) Archiv der Pharm. 133. 33.

gelösten Eisenoxyds zu Oxydul, sowie zur Ausfällung des Kupfers aus seinen Lösungen. Zu ersterer Anwendung muss es eisenfrei, zu letzterer frei von Blei, Kupfer, überhaupt von solchen Metallen sein, welche sich beim Behandeln des Zinkes mit verdünnten Säuren nicht lösen.

Da die Destillation des Zinkes in den Laboratorien eine mühsame und kostspielige Operation ist, so greift man in der Regel zum Rohzink, wie es unmittelbar bei der Destillation gewonnen wird. Es enthält wenigstens in vielen Fällen so geringe Spuren von Eisen, dass es zur Reduction der Eisenoxydullösungen geradezu gebraucht werden kann. Das gewöhnliche Zink des Handels ist deswegen viel eisenhaltiger, weil es bei dem in eisernen Kesseln ausgeführten Zusammenschmelzen Eisen aufnimmt. — Von den verschiedenen Sorten Rohzink, welche ich zu untersuchen Gelegenheit hatte, enthält das schlesische die geringsten Spuren von Eisen.

Um sich Zink zu verschaffen, welches beim Auflösen in verdünnter Schwefelsäure keinen Rückstand lässt, bleibt kein anderes Mittel übrig, als Reinigung des käuflichen durch nochmalige Destillation.

Man bewerkstelligt sie mittelst einer Retorte aus der Masse der hessischen oder Graphittiegel in einem sehr gut ziehenden Windofen. Der Hals der Retorte muss möglichst lothrecht herabhängen. Unter demselben steht eine Schale oder ein Büttchen, gefüllt mit Wasser. Die Destillation beginnt, sobald die Retorte hellroth glüht. Da sich der Hals der Retorte sehr leicht durch Zink oder Zinkoxyd verstopft, so muss man denselben fortwährend mittelst eines gebogenen Eisendrahtes rein halten. Man erhält so ein Zink, welches kein oder fast kein Blei, wohl aber (durch den Eisendraht) merkliche Mengen von Eisen enthält. — Soll der Eisengehalt vermieden werden, so muss man anstatt des Eisendrahtes den Stiel einer Thonpfeife anwenden.

Prüfung. Die Prüfung des Zinkes geschieht am einfachsten in der Weise, dass man dasselbe in einem mit Gasentbindungsrohr versehenen kleinen Kolben in verdünnter Schwefelsäure löst, den äusseren Schenkel des Rohres in Wasser leitet, dasselbe ganz oder theilweise nach beendeter Auflösung in den Kolben zurücksteigen lässt und nach erfolgter Abkühlung eine hinlänglich verdünnte Auflösung von übermangansaurem Kali tropfenweise zusetzt. Färbt je ein Tropfen derselben die Zinklösung und ein eben so grosses Volumen angesäuerten Wassers gleich roth, so ist das Zink als eisenfrei zu betrachten. Ich ziehe diese Prüfungsmethode anderen vor, weil man dabei sogleich eine annähernde, oder (wenn man das Zink gewogen und die dann stark zu verdünnende Chamäleonlösung gemessen hat) auch genaue Kenntniss des Eisengehaltes erlangt. — Enthält das Zink Blei oder Kupfer, so bleiben diese bei der Auflösung des Zinkes ungelöst zurück.

2. Kupfer.

Darstellung. Das im Handel vorkommende Kupfer ist (mit Ausnahme des japanischen, welches man nicht immer haben kann) zu analy-

tischen Zwecken häufig nicht rein genug. Man stellt sich daher das reine Kupfer am besten selbst dar, und zwar entweder nach Fuchs, indem man Kupfervitriollösung durch blankes Eisen fällt, das niedergeschlagene Kupfer durch Auskochen mit Salzsäure von Eisen befreit, wäscht, trocknet, zusammenschmilzt, und den erhaltenen Regulus zu dünnem Blech auswalzen lässt, oder aber auf galvanoplastischem Wege.

Prüfung. Reines Kupfer muss sich in Salpetersäure klar lösen, die Lösung darf nach Zusatz von überschüssigem Ammon auch nach längerem Stehen keinen Niederschlag (Eisen, Blei etc.), eben so wenig durch Salzsäure eine Trübung (Silber) geben. Schwefelwasserstoff muss daraus alles Fixe vollständig ausfällen.

Anwendung. Es dient in einigen Fällen zur indirecten Analyse, so zur Bestimmung des Kupfergehaltes einer Flüssigkeit, zur Bestimmung des Eisens nach Fuchs etc., findet aber seit dem Aufschwunge der Maassanalyse nur noch selten Anwendung in der quantitativen Analyse.

3. Bleioxyd.

Man fällt reines salpetersaures oder essigsaures Bleioxyd mit kohlen-saurem Ammon, wäscht den Niederschlag aus, trocknet und glüht ihn bis zu vollständiger Zersetzung gelinde.

Das Bleioxyd wird öfter angewandt, um eine Säure in der Art zu fixiren, dass sie auch in der Glühhitze nicht ausgetrieben wird.

4. Quecksilberoxyd.

Darstellung. Man giesst eine Auflösung von Quecksilberchlorid in heisse mässig verdünnte Natronlauge mit der Vorsicht, dass die Natronlauge immer vorwaltend bleibt, und wäscht den entstehenden gelben Niederschlag durch Decantiren aufs vollständigste aus. Zuletzt schlämmt man ihn mit Wasser an und hebt ihn in diesem Zustande in einer Flasche auf.

Prüfung. Das Quecksilberoxyd darf, in einem Platintiegel geglüht keinen Rückstand lassen.

Anwendung. Es dient in der quantitativen Analyse namentlich zur Zerlegung des Chlormagnesiums, behufs der Trennung der Magnesia von den Alkalien.

b. Sulfobasen.

1. Schwefelammonium (s. qual. An.).

Man gebraucht wie dort farbloses Einfach-Schwefelammonium und gelbes Mehrfach-Schwefelammonium.

2. Schwefelnatrium (s. qual. An.).

IV. Salze.

a. Salze der Alkalien.

§. 61.

1. Schwefelsaures Kali (s. qual. An.).
2. Phosphorsaures Ammon.

Bereitung. Man versetzt reine aus Phosphor dargestellte verdünnte Phosphorsäure von 1,13 specif. Gewicht (officinelle Phosphorsäure) mit der gleichen Menge Wasser, fügt reines Ammon zu bis zur stark alkalischen Reaction, lässt längere Zeit stehen, filtrirt, wenn nöthig, und hebt zum Gebrauche auf.

Das phosphorsaure Ammon sei frei von Arseniksäure, Salpetersäure und Schwefelsäure, namentlich aber von Kali oder Natron. Um es in letzterer Beziehung zu prüfen, setzt man so lange reine Bleizuckerlösung zu, als noch ein Niederschlag entsteht, filtrirt, fällt den Bleiüberschuss mit Schwefelwasserstoff, filtrirt, verdampft zur Trockne und glüht. Bleibt ein in Wasser löslicher, alkalisch reagirender Rückstand, so war Kali oder Natron zugegen.

In den meisten Fällen kann statt des phosphorsauren Ammons phosphorsaures Natron (s. qual. An.) angewendet werden.

3. Oxalsaures Ammon (s. qual. An.).
4. Essigsaures Natron (s. qual. An.).
5. Bernsteinsaures Ammon.

Bereitung. Man sättigt, durch Umkrystallisiren aus Salpetersäure gereinigte, Bernsteinsäure mit verdünntem Ammon möglichst genau, in der Art, dass die Reaction eher ein wenig alkalisch, als sauer ist.

Anwendung. Es dient zuweilen zur Fällung des Eisenoxyds bei Scheidungen.

6. Kohlensaures Natron (s. qual. An.).

Man gebraucht es sowohl in Lösung als auch in reinen Krystallen. Letztere wendet man an, wenn man in einer Flüssigkeit einen Säureüberschuss abstumpfen will, ohne sie allzusehr zu verdünnen.

7. Kohlensaures Ammon (s. qual. An.).
8. Zweifach-schwefligsaures Natron (s. qual. An.).

9. Unterschweifligsaures Natron.

Dasselbe wird, seit es in der Photographie Anwendung findet, billiger käuflich bezogen, als in kleinerer Menge dargestellt. Es soll trocken, wasserhell, gut krystallisirt, in Wasser leicht und vollkommen löslich sein. Die Lösung muss mit salpetersaurem Silberoxyd einen anfangs weissen Niederschlag geben, sie darf mit Essigsäure nicht brausen, Chlorbaryum darf die angesäuerte nicht oder wenigstens nicht zu stark trüben. Die mit Säure versetzte Lösung muss nach kurzer Zeit durch Schwefel- ausscheidung milchig werden.

Anwendung. Das unterschweifligsaure Natron wird zur Ausfällung mancher Metalle als Schwefelmetalle gebraucht, namentlich bei Trennungen, z. B. des Kupfers vom Zink; ferner dient es als Lösungsmittel für manche Salze (Chlorsilber, schwefelsauren Kalk etc.), endlich findet es auch in der Maassanalyse eine auf der Reaction $2(\text{NaO}, \text{S}_2\text{O}_2) + \text{J} = \text{NaJ} + \text{NaO}, \text{S}_4\text{O}_5$ beruhende Verwendung.

10. Salpetrigsaures Kali (s. qual. An.).

11. Zweifach-chromsaures Kali (s. qual. An.).

12. Molybdänsaures Ammon (s. qual. An.).

13. Chlorammonium (s. qual. An.).

14. Cyankalium (s. qual. An.).

b. Salze der alkalischen Erden.

§. 62.

1. Chlorbaryum (s. qual. An.).

Ein sehr reines, strontian- und kalkfreies Chlorbaryum stelle ich neuerdings dar, indem ich in die concentrirte Auflösung von unreinem Chlorbaryum Chlorwasserstoffgas leite, so lange noch ein Niederschlag entsteht. Das in Form eines Salzpulvers fast vollständig ausgeschiedene Chlorbaryum wird auf einem Trichter gesammelt, gut abtropfen gelassen, dann wiederholt mit kleinen Portionen reiner Salzsäure ausgewaschen, bis eine Probe der ablaufenden Flüssigkeit, mit Wasser verdünnt und mit Schwefelsäure ausgefällt, ein Filtrat liefert, welches, in einer Platinschale verdampft, keinen Rückstand mehr liefert. Die salzsaure Mutterlauge dient zum Auflösen neuer Portionen Witherit. Eines solchen Chlorbaryums bediene ich mich namentlich zur Darstellung des bei quantitativen Analysen oft nöthigen, ganz reinen kohlen-sauren Barytes.

2. Essigsaurer Baryt (s. qual. An.).

Bereitung. Man löst reinen kohlen-sauren Baryt in mässig verdünnter Essigsäure auf, filtrirt und verdampft zur Krystallisation.

Prüfung. Die verdünnte Lösung des essigsauren Baryts darf durch Silberlösung nicht getrübt werden; im Uebrigen wie bei Chlorbaryum.

Anwendung. Man bedient sich des essigsauren Baryts statt des Chlorbaryums zur Fällung der Schwefelsäure, wenn man kein Chlormetall in die Lösung bringen, oder die Basis in ein essigsaures Salz überführen will. Da er im Ganzen nur selten zur Anwendung kommt, so hebt man am besten die Krystalle auf.

3. Kohlensaurer Baryt (s. qual. An.).

4. Chlorstrontium.

Die *Darstellung* desselben aus Strontianit oder Cölestin wird wie die des Chlorbaryums ausgeführt. Die erhaltenen reinen Krystalle werden zum Gebrauche in Weingeist von 96 Proc. gelöst, die Lösung filtrirt und zum Gebrauche aufbewahrt.

Anwendung. Der alkoholischen Chlorstrontiumlösung bedient man sich zur Ueberführung schwefelsaurer Alkalien in Chlormetalle, wenn kein in Weingeist unlösliches Salz in die Flüssigkeit gebracht werden soll.

5. Chlorcalcium (s. qual. An.).

6. Schwefelsaure Magnesia (s. qual. An.).

Dieselbe dient hauptsächlich zur Fällung von Phosphorsäure aus wässrigen Lösungen. Man hält zu dem Behufe zweckmässig eine Lösung vorräthig, welche aus 1 Thl. krystallisirtem Bittersalz, 1 Thl. reinem Salmiak, 8 Thln. Wasser und 4 Thln. Ammonflüssigkeit besteht. Nachdem dieselbe einige Tage lang gestanden hat, wird sie filtrirt.

c. *Salze der Oxyde der Schwermetalle.*

§. 63.

1. Schwefelsaures Eisenoxydul (s. qual. An.).

2. Eisenchlorid (s. qual. An.).

3. Essigsaures Uranoxyd.

Darstellung. Man erwärmt fein gepulverte Pechblende mit verdünnter Salpetersäure, filtrirt von dem Ungelösten ab, fällt durch Schwefelwasserstoff Blei, Kupfer und Arsen aus, filtrirt, verdampft zur Trockne, behandelt mit Wasser und filtrirt die Lösung von den zurückbleibenden Oxyden des Eisens, Kobalts und Mangans ab. Aus der Lösung krystallisirt salpetersaures Uranoxyd, welches durch Umkrystallisiren gereinigt und dann so lange erhitzt wird, bis ein kleiner Theil des Uranoxyds sich

reducirt. Die gelbrothe Masse erwärmt man mit Essigsäure, filtrirt und lässt krystallisiren. Die Krystalle sind essigsäures Uranoxyd, in der Mutterlauge bleibt das noch vorhandene salpetersaure Oxyd (Wertheim).

Prüfung. Die Auflösung des essigsäuren Uranoxyds darf — mit Salzsäure angesäuert — durch Schwefelwasserstoff nicht verändert werden, kohlen-saures Ammon muss einen, im Ueberschuss des Fällungsmittels klar löslichen Niederschlag erzeugen.

Anwendung. Das essigsäure Uranoxyd kann in vielen Fällen zur Fällung und Gewichtsbestimmung der Phosphorsäure dienen.

4. Salpetersaures Silberoxyd (s. qual. An.).
5. Essigsäures Bleioxyd (s. qual. An.).
6. Quecksilberchlorid (s. qual. An.).
7. Zinnchlorür (s. qual. An.).
8. Platinchlorid (s. qual. An.).
9. Natrium-Palladiumchlorür (s. qual. An.).

B. Reagentien zur Gewichtsanalyse auf trockenem Wege.

§. 64.

1. Kohlensaures Natron, rein, wasserfrei (s. qual. An.).
2. Kohlensaures Natron-Kali (s. qual. An.).
3. Barythydrat (s. qual. An. und ferner §. 59).
4. Salpetersaures Kali (s. qual. An.).
5. Salpetersaures Natron (s. qual. An.).
6. Borax (geschmolzener).

Man erwärme krystallisirten Borax (Bereit. s. qual. An.) in einer Platin- oder Porzellanschale, bis er sich nicht mehr weiter aufbläht, zer-reibe die lockere Masse und erhitze das Pulver in einem Platintiegel, bis es zu einer klaren Masse geschmolzen ist. Man giesse die zähflüssige auf einen Porzellanscherben aus. Besser schmilzt man den Borax in einem Netz von Platindraht, indem man die Flamme des Gasgebläses darauf richtet. Die Tropfen sammelt man in einer Platinschale. Das Boraxglas bewahre man in einem gut verschlossenen Glase auf. Da man das Borax-

glas vor dem Gebrauche doch noch einmal erhitzen muss, um sicher zu sein, dass es wasserfrei ist, so wird man in der Regel gut thun, es erst dann zu bereiten, wenn man es nöthig hat.

Anwendung. Es dient zur Austreibung der Kohlensäure und anderer flüchtiger Säuren in der Glühhitze.

7. Saures schwefelsaures Kali.

Bereitung. Man rührt 87 Thle. neutrales schwefelsaures Kali (Bereit. s. qual. An.) in einem Platintiegel mit 49 Thln. reinem Schwefelsäurehydrat zusammen, erhitzt zum gelinden Glühen, bis die Masse gleichförmig und wasserhell fliesst, giesst sie sodann in eine in kaltem Wasser stehende Platinschale, einen Porzellanscherben oder dergl. aus, zerschlägt sie und bewahrt sie zum Gebrauche auf.

Anwendung. Dient zum Aufschliessen einiger in der Natur vorkommender Thonerde- und Chromoxydverbindungen. Zum Reinigen der Platintiegel bedient man sich des weniger reinen Salzes, welches man bei der Darstellung der gewöhnlichen Salpetersäure als Nebenproduct gewinnt.

8. Kohlensaures Ammon (festes).

Bereitung s. qual. An. — Es dient zur Ueberführung der sauren schwefelsauren Alkalien in neutrale. Man achte wohl darauf, dass es beim Erhitzen in einem Platinschälchen sich ganz vollständig verflüchtigen muss.

9. Salpetersaures Ammon.

Bereitung. Man neutralisire reines kohlensaures Ammon mit reiner Salpetersäure, erwärme, mache mit Ammon etwas alkalisch, filtrire wenn nöthig, und bringe zur Krystallisation. Die erhaltenen Krystalle schmelze man in einer Platinschale, giesse die Masse in einen Porzellanscherben aus, zerstoße die noch warme in kleine Stückchen und hebe diese in einem gut schliessenden Glase auf.

Prüfung. Das salpetersaure Ammon darf, in einem Platinschälchen geglüht, keinen Rückstand lassen.

Anwendung. Es dient als Oxydationsmittel, z. B. zur Ueberführung von Blei in Bleioxyd, zur Verbrennung von Kohle, wenn feuerbeständige Salze vermieden werden sollen.

10. Chlorammonium.

Bereitung und Prüfung s. qual. An.

Anwendung. Der Salmiak findet eine häufige Anwendung als Mittel, Metalloxyde und Metallsäuren, z. B. Bleioxyd, Zinkoxyd, Zinnoxyd, Arsen-

säure, Antimonsäure etc., in Chlormetalle zu zerwandeln (wobei Ammoniak und Wasser entweichen). Da manche Chlorverbindungen der Metalle schon an und für sich, andere mit Salmiakdämpfen flüchtig sind, so können dieselben beim Glühen mit überschüssigem Salmiak vollkommen entfernt und so manche Verbindungen derselben, z. B. antimonsaure Alkalien, leicht und rasch analysirt werden. Der Salmiak findet ferner Anwendung zur Ueberführung verschiedener Salze mit anderweitigen Säuren in Chlormetalle, so z. B. kleinerer Mengen von schwefelsauren Alkalien.

11. Wasserstoffgas.

Bereitung. Man entwickelt dasselbe aus granulirtem Zink mit verdünnter Schwefelsäure. — Die dem Gase beigemengten Spuren fremder Gase lassen sich demselben entziehen, indem man es entweder zuerst durch Sublimatlösung, dann durch Kalilauge leitet, oder indem man es, nach dem Vorschlage von Stenhouse, ein mit Holzkohlenstückchen gefülltes Rohr durchstreichen lässt. Soll das Gas trocken sein, so leitet man es durch concentrirte Schwefelsäure oder durch ein Chlorcalciumrohr.

Prüfung. Reines Wasserstoffgas ist geruchlos. Es muss mit farbloser, nicht leuchtender Farbe brennen. Die Flamme darf, durch eine hineingehaltene Porzellanschale abgekühlt, auf diese Nichts, als reines (nicht sauer reagirendes) Wasser absetzen.

Anwendung. Das Wasserstoffgas findet ziemlich häufige Anwendung zur Ueberführung von Oxyden, Chloriden, Sulphiden etc. in Metalle.

12. Chlor.

Darstellung s. qual. An. — Man reinigt und trocknet das Chlorgas, indem man es durch eine, concentrirte Schwefelsäure enthaltende, Waschflasche (wohl auch noch durch ein Chlorcalciumrohr) streichen lässt.

Anwendung. Es dient hauptsächlich zur Erzeugung von Chloriden und somit zur Trennung der flüchtigen von den nichtflüchtigen; ferner zur Austreibung und indirecten Bestimmung des Broms und Jods.

C. Reagentien zur Maassanalyse.

§. 65.

Unter dieser Rubrik stelle ich die wesentlichsten Präparate zusammen, die bei der Darstellung und Prüfung der zur Maassanalyse erforderlichen Flüssigkeiten gebraucht werden, sofern solche in den Abschnitten A und B noch nicht vorkommen und etwas in Betreff der Darstellung oder Prüfung Erwähnenswerthes darbieten.

Alka
kann
über
ist, u
+ 5
der
somit

mit
schüt
Meng
lisire
papier
zu h
mäss
Spur

tert
sie m
erhitz
saure
malig
entsp

Wasse
sigkeit
wiede
stabe
Hälfte
tige T
an ein
würde

Wasse
zum e
Natron
blau, s
Alkali

*)
zu bela

1. Reine krystallisirte Oxalsäure.

Die krystallisirte Oxalsäure ist von Fr. Mohr als Grundlage der Alkalimetrie und Acidimetrie in die Maassanalyse eingeführt worden. Sie kann ferner dienen zur Feststellung des Gehaltes einer Auflösung von übermangansaurem Kali, indem 1 Aeq. Uebermangansäure erforderlich ist, um 5 Aeq. Oxalsäure*) in Kohlensäure überzuführen ($Mn_2O_7 + 2SO_3 + 5C_2O_3 = 2MnO, SO_3 + 10CO_2$). Man bedient sich in der Regel der krystallisirten reinen Säure, welche die Formel $C_2O_3, HO + 2aq.$, somit das Aequivalent 63 hat.

Man stellt dieselbe dar, indem man gepulverte käufliche Oxalsäure mit lauwarmem destillirten Wasser in einem Kolben übergiesst und umschüttelt, und zwar in den Verhältnissen, dass noch eine bedeutende Menge Oxalsäure ungelöst bleibt (Mohr). Man filtrirt und lässt krystallisiren. Die auf einem Filter abgetropften Krystalle lässt man, auf Fliesspapier ausgebreitet, an einem staubfreien Orte bei gewöhnlicher (ja nicht zu hoher) Temperatur vollkommen trocknen, oder presst sie auch wohl mässig zwischen erneuerten Lagen von Fliesspapier, bis die letzten keine Spur von Feuchtigkeit mehr aufnehmen.

Prüfung. Die Oxalsäurekrystalle dürfen nicht im geringsten verwittert sein, wozu sie bei 20°C. und in trockener Luft schon Neigung haben; sie müssen sich klar in Wasser lösen, und dürfen, in einer Platinschale erhitzt, keinen feuerbeständigen und unverbrennlichen Rückstand (kohlen-sauren Kalk, kohlen-saures Kali etc.) hinterlassen. Sollte die durch einmaliges Umkrystallisiren gereinigte Oxalsäure diesen Anforderungen nicht entsprechen, so muss sie ein zweites Mal umkrystallisirt werden.

2. Lackmustinctur.

Bereitung. Man digerirt einen Theil käuflichen Lackmus mit 6 Thln. Wasser auf dem Wasserbade längere Zeit, filtrirt, theilt die blaue Flüssigkeit in 2 Thele., sättigt in der einen Hälfte das freie Alkali, indem man wiederholt mit einem in sehr verdünnte Salpetersäure getauchten Glasstabe umrührt, bis die Farbe eben roth erscheint, mischt die noch blaue Hälfte hinzu, fügt 1 Thl. starken Weingeist bei und bewahrt die nun fertige Tinctur in einer nicht ganz gefüllten kleinen unverstopften Flasche an einem gegen Staub geschützten Orte auf. In verschlossenen Gläsern würde sich die Tinctur bald entfärben.

Prüfung. Die Lackmustinctur prüft man, indem man etwa 100 CC. Wasser damit deutlich blau färbt, die Lösung in zwei Theile theilt und zum einen ein Minimum einer verdünnten Säure, zum anderen eine Spur Natronlauge setzt. Färbt sich jene Hälfte deutlich roth, diese deutlich blau, so ist die Lackmustinctur gut, das heisst, es waltet darin weder Alkali noch Säure vor.

*) Es ist für diese Auseinandersetzungen bequemer, der Oxalsäure die Formel zu belassen, welche ihr zukommt, wenn man sie als einbasische Säure betrachtet.

3. Uebermangansaures Kali.

Bereitung. Man mengt 8 Thle. sehr feines Pulver von möglichst reinem Pyrolusit mit 7 Thln. chlorsaurem Kali, fügt in einem flachen gusseisernen Topfe die ganz concentrirte Lösung von 10 Thln. Kalihydrat (KO, HO) oder 37 Thle. einer Kalilauge von 1,27 specif. Gewicht (d. h. der Lauge, wie man sie zur Elementaranalyse gebraucht) hinzu, verdampft unter Umrühren zur Trockne, bringt den Rückstand, ehe er feucht geworden, in einen eisernen oder auch hessischen Tiegel und erhitzt unter häufigem Umrühren mit einem Eisenstabe oder eisernen Spatel bei dunkler Rothgluth, bis keine Wasserdämpfe mehr entweichen und die ganze Masse schwach glüht. Man hebt jetzt den Tiegel aus dem Feuer und schüttet die bröcklige Masse in einen eisernen Topf. — Hat man das Kalihydrat bereits in festem Zustande, so schmelzt man es mit dem chlorsauren Kali zusammen und trägt dann das Braunsteinpulver ein. — Nachdem die bröcklige Masse zu grobem Pulver zerstoßen ist, trägt man sie portionenweise in einen eisernen Kessel ein, in welchem 100 Thle. Wasser zum Kochen erhitzt worden sind, setzt unter Ersatz des verdampfenden Wassers das Kochen fort und leitet gleichzeitig einen Strom von kohlen-saurem Gas ein (Mulder*). Die erst tiefgrüne Lösung von mangansaurem Kali geht bald unter Abscheidung von Manganhyperoxydhydrat in die tief violett-rothe des übermangansauren Kalis über. — Hält man die Ueberführung für beendet, so lässt man die Flüssigkeit absitzen, nimmt eine klare Probe heraus, erhitzt sie zum Kochen und leitet Kohlensäure ein. Bleibt sie klar, so ist die Ueberführung vollendet, im anderen Falle muss sie noch fortgesetzt werden.

Man lässt schliesslich gut absitzen, giesst die Lösung in ein geeignetes Gefäss ab, wäscht den Niederschlag durch Decantiren wiederholt aus, vereinigt die ursprüngliche Lösung mit den Waschwassern, mischt, lässt nochmals absitzen und giesst endlich die Lösung von dem darin noch in kleiner Menge abgesetzten Niederschlage in die zum Aufbewahren bestimmte Flasche klar ab. — Will man die Lösung filtriren, so kann dies durch Schiessbaumwolle geschehen. — Wünscht man das Salz in krystallisirtem Zustande, so dampft man die erst erhaltene, noch unverdünnte Lösung weiter ab und lässt die hinlänglich concentrirte erkalten; die Krystalle befreit man auf einer Gypsplatte von anhängender Mutterlauge.

4. Schwefelsaures Eienoxydul-Ammon
($\text{FeO}, \text{SO}_3 + \text{NH}_4\text{O}, \text{SO}_3 + 6 \text{aq.}$).

Dieses der Verwitterung und Oxydation nicht oder nur in sehr geringem Grade unterliegende Doppelsalz ist von Fr. Mohr als Mittel zur

*) Jahresbericht von Kopp und Will 1858. 581.

Feststellung des Gehaltes der Chamäleonlösung in Vorschlag gebracht worden.

Bereitung. Man nimmt zwei gleiche Theile verdünnter Schwefelsäure; den einen erwärmt man mit einem mässigen Ueberschusse kleiner rostfreier Nägel, bis sich kein oder fast kein Wasserstoffgas mehr entwickelt, — den andern neutralisirt man mit kohlen-saurem Ammon genau und setzt dann wieder einige Tropfen verdünnter Schwefelsäure zu. Man filtrirt jetzt die Eisenvitriollösung zur Lösung des schwefelsauren Ammons, verdampft, wenn nöthig, ein wenig und lässt krystallisiren. Die harten ganz blass-grünen Krystalle lässt man auf einem Trichter abtropfen, spült sie mit etwas Wasser ab, trocknet sie an der Luft auf Fliesspapier vollständig und hebt sie zum Gebrauche auf.

Das Aequivalent des Salzes (196) ist genau sieben Mal so gross als das des Eisens (28). Die Lösung des Salzes in mit verdünnter Schwefelsäure angesäuertem Wasser darf durch Rhodankalium nicht roth werden.

5. Reines Jod.

Bereitung. Man reibe käufliches Jod mit $\frac{1}{6}$ seines Gewichtes Jodkalium zusammen, trockne die Masse in einem grossen Uhrglase mit abgeschliffenem Rande, erwärme dies auf einem Sandbade oder einer Eisenplatte gelinde und decke, sobald violette Dämpfe entweichen, ein zweites gleichgrosses Uhrglas auf das erste. Man setzt das Erhitzen fort, bis alles Jod sublimirt ist und bringt dies in ein gut schliessendes Glas. Das im käuflichen Jod öfters vorhandene Chlor oder Brom bleibt hierbei an Kalium gebunden mit dem überschüssigen Jodkalium in der Schale zurück.

Prüfung. Das so gereinigte Jod darf, auf einem Uhrglase erhitzt, keinen fixen Rückstand hinterlassen. Sollten übrigens auch Spuren zurückbleiben, so hätte dies nichts zu sagen, da die zur Anwendung bestimmte Jodmenge vor dem Gebrauche nochmals im Kleinen sublimirt wird.

Anwendung. Das reine Jod dient zur Feststellung des Jodgehaltes der zu vielen maassanalytischen Bestimmungen erforderlichen Auflösung von Jod in Jodkaliumlösung.

6. Jodkalium.

Dasselbe wird billiger käuflich bezogen, als in kleineren Mengen selbst dargestellt. — Von den verschiedenen Methoden der Darstellung empfehle ich zur Bereitung des zu analytischen Zwecken bestimmten Jodkaliums das von Frederking verbesserte Baup'sche Verfahren, weil es sicher ein jodsäurefreies Präparat liefert.

Prüfung. Man trage eine Probe des Salzes in verdünnte Schwefelsäure ein. Reines Jodkalium löst sich darin ruhig und ohne Färbung auf; enthält es aber jodsaures Kali, so färbt sich die Flüssigkeit durch freies Jod braun ($KJ + HO + SO_3 = KO, SO_3 + JH$, und JO_3 und $5 JH = 5 HO$ und $6 J$, welche in der Jodwasserstoffsäure gelöst blei-

ben). — Die Lösung einer zweiten Probe versetze man mit salpetersaurem Silberoxyd, so lange ein Niederschlag entsteht, füge Ammonflüssigkeit im Ueberschuss zu, schüttele, filtrire und übersättige das Filtrat mit Salpetersäure; weisser käsiger Niederschlag zeigt einen Gehalt des Jodkaliums an Chlormetall. Verunreinigung mit schwefelsaurem Kali wird durch Chlorbaryumlösung unter Zusatz von etwas Salzsäure erkannt.

Anwendung. Das Jodkalium dient einerseits als Lösungsmittel für Jod bei Darstellung titrirter Jodlösungen, andererseits als Mittel, freies Chlor zu absorbiren. In letzterem Falle setzt jedes Aequivalent Chlor 1 Aeq. Jod in Freiheit, welches durch Vermittelung des überschüssigen Jodkaliums gelöst bleibt. — Zu diesen Anwendungen muss das Jodkalium frei von jodsaurem und kohlsaurem Kali sein, geringe Spuren von Chlorkalium oder schwefelsaurem Kali sind nicht von Nachtheil.

7. Schweflige Säure.

Bereitung. Man leitet das aus Kupferdrehspänen und englischer Schwefelsäure (§. 46 der 10. Aufl. der qual. Analyse) entwickelte und gewaschene schwefligsaure Gas in Wasser bis zur Sättigung und hebt die Lösung am besten in wohl verstopften Medicingläsern auf, von denen man eins nach dem anderen in Gebrauch nimmt.

Diese concentrirte Lösung dient zur Darstellung der ganz verdünnten Lösung von schwefliger Säure, welche man bei der Bunsen'schen Jodbestimmung gebraucht.

8. Arsenige Säure.

Die im Handel in grossen, aussen porzellanartigen, innen oft noch glasigen Stücken vorkommende arsenige Säure ist in der Regel vollkommen rein. Man prüft sie, indem man sie in einem an beiden Enden offenen Glasrohre, durch welches man einen schwachen Luftstrom leitet, mässig erhitzt. Reine arsenige Säure muss sich vollkommen verflüchtigen, auch das Sublimat sich ohne Rückstand aus der Röhre treiben lassen. Bleibt ein nicht flüchtiger Rückstand, der, im Wasserstoffgasstrom erhitzt, schwarz wird, so enthält die arsenige Säure Antimonoxyd und kann zu analytischen Zwecken nicht dienen. Man löse ferner etwa 10 Grm. der zu prüfenden arsenigen Säure in Natronlauge und setze 1 bis 2 Tropfen Bleizuckerlösung zu. Entsteht hierdurch eine Bräunung, so enthält die arsenige Säure Schwefelarsen und ist unbrauchbar.

Die arsenige Säure findet in der Form arsenigsauren Natrons Anwendung zur Bestimmung der unterchlorigen Säure, des freien Chlors, Jods etc.

9. Chlornatrium.

Man bedient sich am besten des völlig reinen Steinsalzes. Es muss sich klar in Wasser lösen, oxalsaures Ammon, phosphorsaures Natron, Chlorbaryum dürfen die Lösung nicht trüben. — Will man sich reines

Chlor
guel
gew
die
gut
schli
entw
Chlor
berei
mit

mitte
Chlor
gewö
gewe
werd
wass

silber
silber
etwa
übrig
für d

zum
welch
Chlor
volls
beste

D.

vor
einer
auf

Chlornatrium darstellen, so kann man zweckmässig die Methode von Marguerite wählen, das heisst, man leitet in eine concentrirte Lösung von gewöhnlichem Kochsalz Chlorwasserstoffgas bis zur Sättigung, sammelt die ausgeschiedenen Chlornatriumkryställchen auf einem Trichter, lässt gut abtropfen, wäscht mit Salzsäure aus und trocknet das Chlornatrium schliesslich in einer Porzellanschale, bis alle anhängende freie Salzsäure entwichen ist. Die Mutterlauge, welche die kleinen Mengen des Gypses, Chlormagnesiums etc. enthält, bringt man bei der nächsten Salzsäurebereitung statt eines entsprechenden Theiles des vorgeschriebenen Wassers mit in die Retorte.

Anwendung. Das Chlornatrium dient als maassanalytisches Fällungsmittel bei Silberbestimmungen und zur Feststellung des Gehaltes der zu Chlorbestimmungen zu verwendenden Silberlösungen. — Man pflegt es gewöhnlich vor dem Abwägen zu schmelzen. Hierbei muss Vorsicht angewendet und das Schmelzen nicht länger als eben nöthig fortgesetzt werden; denn wirkt die Gasflamme auf das Salz, so entweicht Chlorwasserstoff, während sich etwas kohlen-saures Natron bildet.

10. Metallisches Silber.

Chemisch rein ist nur das durch geeignete Reduction reinen Chlorsilbers dargestellte Silber. Das durch Kupfer gefällte sogenannte Kornsilber der Silberscheideanstalten ist nie absolut rein, sondern enthält meist etwa $\frac{1}{1000}$ Kupfer. Unter dem Namen chemisch reinen Silbers liefern übrigens die Silberscheideanstalten auch solches in Blechform und ist es für den Chemiker am bequemsten, es daher zu beziehen.

Das chemisch reine Silber gebraucht man nur in kleinerer Menge zum Behufe der Feststellung des Wirkungswerthes der Kochsalzlösung, welche bei Silberbestimmungen Anwendung findet. Zur Darstellung der zur Chlorbestimmung erforderlichen Silberlösung ist das Kornsilber der Münzen vollständig geeignet, indem der Wirkungswerth dieser Lösung immer am besten erst nach der Bereitung mit Hilfe reinen Chlornatriums festgestellt wird.

D. Reagentien zur Elementaranalyse organischer Substanzen.

§. 66.

1. Kupferoxyd.

Bereitung. Man rührt in einer Porzellanschale reine, am besten zuvor in einer Muffel geglühte Kupferasche mit reiner Salpetersäure zu einem dicken Brei an, erwärmt, nach vorübergegangenem Aufbrausen, auf dem Sandbade gelinde und lässt auf demselben völlig eintrocknen.

Man nimmt alsdann das erhaltene grüne basische Salz heraus und erhitzt es in einem hessischen Tiegel bei mässiger Rothglühhitze, bis keine Dämpfe von Untersalpetersäure mehr entweichen, wovon man sich schon durch den Geruch, genauer aber auf die Art überzeugt, dass man eine herausgenommene Probe in einem mit dem Finger verschlossenen starken Probeylinder zum Glühen erhitzt und dann der Länge nach hindurchsieht. — Die gleichmässiger Zersetzung des im Tiegel befindlichen Salzes wird befördert, wenn man dasselbe von Zeit zu Zeit mit einem heissen Glasstabe umrührt. — Nachdem der Tiegel halb erkaltet ist, führt man das zusammengebackene Oxyd in ein mässig feines Pulver über, indem man es in einem Messing- oder Porzellanmörser zerreibt und durch ein Blechsieb schlägt, und bewahrt es in einem wohl verschlossenen Glase zum Gebrauche auf. Es ist zu empfehlen, einen kleinen Theil des Oxyds im Tiegel zu lassen und denselben von Neuem einer heftigen Hitze auszusetzen. Man hebt diesen zusammengesinterten Theil besonders auf. Er wird nicht fein zerrieben, sondern nur zu kleinen Stückchen zerklöpft.

Prüfung. Das Kupferoxyd muss ein dichtes, schweres, tief schwarzes, sandig anzufühendes Pulver darstellen, beim Glühen keine Untersalpetersäure oder (durch eingemengte Kohlentheilchen oder Staub bedingt) Kohlensäure liefern und an Wasser nichts abgeben. — Das heftig geglühte Oxyd sei hart und grauschwarz.

Anwendung. Das Kupferoxyd dient zur Oxydation des Kohlenstoffs und Wasserstoffs der organischen Substanzen. Es wird dabei, indem es je nach den Umständen seinen Sauerstoff theilweise oder ganz verliert, zu Oxydul oder Metall reducirt. Das heftig geglühte ist bei Analysen von flüchtigen Flüssigkeiten von grossem Nutzen.

NB. Das gebrauchte Kupferoxyd wird wieder brauchbar gemacht, indem man es von Neuem mit Salpetersäure oxydirt etc. Enthält es alkalische Salze, so digerirt man es zuvor mit ganz verdünnter kalter Salpetersäure und wäscht es alsdann mit Wasser aus.

2. Chromsaures Bleioxyd.

Bereitung. Man fällt eine, mit Essigsäure ein wenig sauer gemachte klar filtrirte Lösung von Bleizucker mit saurem chromsauren Kali, so dass dieses gelinde vorwaltet, wäscht den Niederschlag durch Decantation, zuletzt auf einem leinenen Seihetuche vollständig aus, trocknet ihn, füllt ihn in einen hessischen Tiegel und erhitzt diesen zum lebhaften Glühen, bis die Masse geschmolzen ist. Man giesst dieselbe auf eine Stein- oder Eisenplatte aus, zerstösst, zerreibt, siebt durch ein feines Blechsieb und hebt das ziemlich feine Pulver zum Gebrauche auf.

Prüfung. Das chromsaure Bleioxyd stellt ein schmutzig gelbbraunes, schweres Pulver dar. Es darf beim Glühen keine Kohlensäure entwickeln (sonst enthält es organische Materien, Staub etc. beigemischt); an Wasser darf es nichts abgeben.

Anwendung. Das chromsaure Bleioxyd dient, ebenso wie das Kupferoxyd, zur Verbrennung organischer Substanzen. Es geht dabei in Chromoxyd und basisch chromsaures Bleioxyd über. Dieselbe Zersetzung erleidet es unter Entwicklung von Sauerstoffgas, wenn es für sich über seinen Schmelzpunkt hinaus erhitzt wird. Der Umstand, dass das chromsaure Bleioxyd in der Glühhitze schmilzt, bedingt, dass es bei schwer verbrennlichen Substanzen als Oxydationsmittel dem Kupferoxyde vorzuziehen ist.

NB. Einmal gebrauchtes chromsaures Bleioxyd lässt sich ohne Anstand zum zweiten Male anwenden. Man schmilzt es zu diesem Behufe (wenn nöthig, nach vorhergegangenem Auswaschen) von Neuem und verfährt wie oben. — Zweimal gebrauchtes pulvere man, befeuchte mit Salpetersäure, trockne ein, glühe und schmelze. Auf diese Weise lässt sich das chromsaure Bleioxyd immer wieder benutzen (Vohl*).

3. Sauerstoffgas.

Bereitung. Man zerreibt 100 Grm. chlorsaures Kali mit 0,1 Grm. fein gepulvertem Eisenoxyd (aber nicht mit mehr), bringt das Gemenge in eine untubulirte Retorte, welche davon höchstens zur Hälfte angefüllt werden darf, und erhitzt dieselbe mittelst eines Kohlenfeuers anfangs gelinde, allmählich stärker. Sobald das Salz zu schmelzen anfängt, schwenkt man die Retorte ein wenig um, damit der Inhalt sich gleichmässig erwärmt. Die Entwicklung des Sauerstoffs beginnt bald und geht (bei obigem Verhältnisse zwischen Eisenoxyd und chlorsaurem Kali) rasch, aber nicht stürmisch von Statten.

Sobald die Luft der Retorte ausgetrieben ist, verbindet man die mittelst eines gut schliessenden Korkes im Hals der Retorte befestigte nicht zu enge Glasröhre mit dem bereits in die untere Oeffnung des Gasometers eingeschobenen Kautschukschlauch, neben dem Spielraum genug vorhanden sein muss, um dem verdrängten Wasser ungehinderten Ausfluss zu gewähren. Das Erhitzen der Retorte setzt man fort, bis die Gasentwicklung auch bei beginnendem Glühen ganz oder fast ganz beendigt ist. Es ist zweckmässig, die Retorte bis zur halben Höhe des Bauches mit wiederholt aufzutragendem dünnen Lehm zu beschlagen. Dem zum Anrühren des Lehms bestimmten Wasser setzt man ein wenig kohlenensaures Natron oder Borax zu.

100 Grm. chlorsaures Kali liefern etwa 27 Liter Sauerstoffgas.

Das so erhaltene Sauerstoffgas ist feucht und kann Spuren von kohlenensaurem Gas, auch von Chlorgas enthalten. Letzteres enthält es in ziemlicher Menge, wenn man zur Darstellung ein Gemenge von chlorsaurem Kali mit relativ viel Braunstein verwendet. Von diesen Verunreinigungen muss es befreit und vollkommen getrocknet werden, ehe man es zur Elementaranalyse verwenden kann.

*) Annalen d. Chem. u. Pharm. 106. 127.

Man leitet es daher aus dem Gasometer zunächst durch einen mit Kalilauge von 1,27 specif. Gewicht gefüllten Liebig'schen Kugelapparat, sodann durch ein Uförmiges mit Schwefelsäure befeuchteten Bimsstein enthaltendes Rohr, ferner durch mehrere mit Kalihydrat gefüllte Röhren, zuletzt noch durch ein Chlorcalcium enthaltendes Rohr.

Prüfung. Das Sauerstoffgas muss, gegen einen glimmenden Span ausströmend, diesen sofort entzünden. Es darf weder Kalkwasser noch eine Auflösung von salpetersaurem Silberoxyd trüben, wenn man es durch diese Flüssigkeiten leitet.

4. Natron-Kalk.

Bereitung. Man stellt sich zuerst auf die in der Anl. zur qual. Anal. angegebene Art aus käuflichem krystallisirten kohlen sauren Natron Natronlauge dar, ermittelt ihr specif. Gewicht, löscht mit einer gewogenen Quantität der Lauge besten kaustischen Kalk und zwar eine solche Menge, dass auf 1 Theil in der verbrauchten Lauge enthaltenen Natronhydrats 2 Theile wasserfreier Aetzkalk kommen, verdampft in einem eisernen Gefässe zur Trockne, erhitzt den Rückstand in einem eisernen oder hessischen Tiegel, erhält einige Zeit im schwachen Glühen, verwandelt die noch warme Masse durch Stossen und Durchschlagen durch ein Blechsieb in ein mäs sig feines Pulver und hebt dies in einem wohlverschlossenen Glase auf.

Prüfung. Der Natron-Kalk darf, mit überschüssiger verdünnter Salzsäure übergossen, nicht zu sehr brausen, und namentlich, mit reinem Zucker gemischt und zum Glühen erhitzt, kein Ammoniak entwickeln.

Anwendung. Er dient zur Analyse der stickstoffhaltigen organischen Körper. Die Theorie der Einwirkung auf dieselben wird unten erklärt werden.

5. Metallisches Kupfer.

Es dient bei der Analyse stickstoffhaltiger Körper zur Reduction etwa gebildeten Stickoxydgases.

Man wendet dasselbe entweder in der Form von Drehspänen, in der dichter Drahtspiralen oder in der kleiner aus dünnem Kupferblech dargestellter Rollen an. — Den Spiralen oder Rollen gibt man eine Länge von 7 bis 10 Cm. und macht sie so dick, dass sie sich eben in die Verbrennungsröhre einschieben lassen. — Um das metallische Kupfer vollkommen frei von Staub, Oxydüberzug und dergl. zu erhalten, glüht man es zuerst an der Luft in einem Tiegel, bis seine Oberfläche oxydirt ist, füllt es alsdann in eine Glas- oder Porzellanröhre, leitet einen ununterbrochenen Strom von trockenem Wasserstoffgas darüber und erhitzt, wenn alle atmosphärische Luft aus dem Entwicklungsapparat und der Röhre vertrieben ist, diese ihrer ganzen Länge nach zum Glühen. Erhitzt man früher, so explodirt der Apparat, je nach Umständen, ganz oder theilweise.

6. Kali.

a. Kalilauge.

Man bereitet sich nach der in der Anl. zur qual. Anal. für Natronlauge angegebenen Weise aus gereinigter Pottasche mit Hülfe von Kalkbrei Kalilauge (auf 1 Thl. Pottasche nimmt man 12 Thle. Wasser, — Kalk sind etwa $\frac{2}{3}$ Thle. erforderlich; derselbe wird mit seiner dreifachen Menge warmen Wassers zum Brei gelöscht), dampft die klar decantirte bis zu einem specifischen Gewichte von 1,27 bei raschem Feuer in einem eisernen Kessel ab, giesst sie noch etwas warm in eine Flasche, lässt sie bei gutem Verschluss derselben völlig absitzen, zieht die klare Lösung von dem Bodensatze ab und hebt sie zum Gebrauche auf.

b. Kalihydrat (gewöhnliches).

Man bedient sich am einfachsten des in Form von Stängelchen vorkommenden käuflichen Kalihydrates. — Will man dasselbe selbst bereiten, so dampft man die sub a. genannte Lauge in einem silbernen Kesselchen bei starkem Feuer ein, bis das zurückbleibende, ölig fließende Hydrat als Ganzes in weissen Nebeln zu verdampfen anfängt, giesst die geschmolzene Masse auf eine reine Eisenplatte aus, zerschlägt sie in Stückchen und hebt diese in wohlverschlossenem Glase zum Gebrauche auf.

c. Kalihydrat (mit Alkohol gereinigtes) s. qual. Anal. §. 30 b.

Anwendung. Die Kalilauge dient zur Absorption und somit zur Gewichtsbestimmung der Kohlensäure. In manchen Fällen wird ausser dem mit Kalilauge gefüllten Apparate noch ein mit Kalihydrat angefülltes Rohr zu Hülfe genommen. Des mit Alkohol gereinigten Kalihydrates, welches vollkommen frei von schwefelsaurem Kali ist, bedient man sich bei Bestimmung des Schwefels in organischen Substanzen.

7. Chlorcalcium.

a. Rohes geschmolzenes.

Bereitung. Man digerirt den bei der Darstellung des Ammoniaks erhaltenen, aus Chlorcalcium und Kalk bestehenden Rückstand mit warmem Wasser, filtrirt, neutralisirt die alkalische Lösung mit Salzsäure genau, verdampft sie in einem eisernen Kessel zur Trockne, schmilzt den Rückstand in einem eisernen oder hessischen Tiegel, giesst die geschmolzene Masse aus, zerschlägt dieselbe und bewahrt sie in gut schliessenden Gläsern.

b. Gereinigtes abgedampftes.

Bereitung. Man löst das in a. beschriebene rohe Chlorcalcium in Kalkwasser, filtrirt die Lösung, sättigt sie genau mit Salzsäure, verdampft sie in einer Porzellanschale zur Trockne und setzt den Rückstand einige Stunden lang im Sandbade einer ziemlich starken Hitze

(von etwa 200°) aus. Die weisse poröse Masse, welche man auf diese Art erhält, ist $\text{CaCl} + 2 \text{aq}$.

Anwendung. Das rohe geschmolzene Chlorcalcium dient zum Trocknen feuchter Gase, das gereinigte wendet man bei der Elementaranalyse zur Absorption und Bestimmung des aus dem Wasserstoff entstandenen Wassers an. Seine Lösung darf nicht alkalisch reagiren.

8. Saures chromsaures Kali.

Man reinigt das käufliche durch wiederholtes Umkrystallisiren, bis eine Probe, in Wasser gelöst, mit Chlorbaryum einen Niederschlag gibt, der sich in reiner Salzsäure vollkommen klar löst.

Eines solchen vollkommen schwefelsäurefreien Präparates bedarf man namentlich, wenn das Salz zur Oxydation organischer Körper zum Behufe der Bestimmung ihres Schwefelgehaltes dienen soll. Zu anderen Zwecken, z. B. zur Bestimmung des Kohlenstoffes organischer Körper durch Erhitzen derselben mit chromsaurem Kali und Schwefelsäure, kann man sich des einmal umkrystallisirten Salzes bedienen.

man
titativ
mit d
Bestar
Gewic
dert
mense
sonde
halten
kann
Gewic
an der
oder i
möglich
gen a
Absch
in der
angege
setzun
die rel
weil a