

bonat (durch Natriumcarbonat) als Zinkoxyd wägen.

(Will man auf Zink und Chrom prüfen, d. h. liegen keine speziellen Anzeichen vor, so teile man die Lösung in 2 Teile, prüfe den einen auf Chrom, den andern auf Zink, wie angegeben.)

VIII. Quantitative Bestimmung der anorganischen Gifte.

Es ist in Obigem bereits stets an geeigneter Stelle die Möglichkeit der quantitativen Bestimmung bei den einzelnen Giften betont worden. Dabei ist angenommen worden, dass dieselbe Hand in Hand mit dem qualitativen Nachweise gehe. Dies setzt natürlich voraus, dass alle Operationen beim ganzen Gange ohne Verluste, unter richtigem Ausfällen u. s. w. vorgenommen werden. Vielfach dürfte es — besonders bei Uebungsanalysen — besser und einfacher sein, die quantitative von der qualitativen Bestimmung zu trennen. Hierüber einige weitere Angaben!

Silber fällt man, wenn es in Lösung vorliegt, mit Salzsäure als Chlorsilber, löst dies wieder in Ammoniak und fällt dann mit Salpetersäure aufs Neue als Chlorsilber aus, das in üblicher Weise gewogen wird. — Liegen feste Massen, Contenta etc. vor, so oxydiert man mit Salzsäure und Kaliumchlorat, unter Vermeidung grösseren Ueberschusses an Salzsäure; es bleibt, wie erwähnt, Silber als Chlorsilber im Rückstand, das man nach pag. 30 mit Soda und Salpeter schmelzt: das so erhaltene Silber kann man direkt wägen oder in Salpetersäure lösen und in der Lösung Silber als Chlorsilber bestimmen. (Vgl. pag. 30.)

Blei fällt man aus Lösungen direkt als Sulfat; das Sulfat sammelt man auf einem kleinen, gemessenen Filter, äschert es im Porzellantiegel ein, raucht den Rückstand zunächst mit etwas Salpetersäure, dann mit etwas Schwefelsäure ab, glüht und wägt als Sulfat. — Liegen feste Massen vor, so oxydiert man mit Salzsäure und Kaliumchlorat und giebt zur warmen, eventuell bereits durch Bleisulfat getrübbten Flüssigkeit noch verd. Schwefelsäure zur völligen Fällung des Bleies als Sulfat, das man wie oben weiter behandelt. (Vgl. pag. 31.)

Baryum wäre analog als Sulfat zu bestimmen. (Vgl. pag. 31.)

Kupfer, Wismuth, Antimon, Zinn fällt man nach Oxydation der Lösung, bezw. der festen Massen mit Salzsäure und Kaliumchlorat und nach Verjagen des überschüssigen Chlors mit Schwefelwasserstoff als Sulfide aus. (Muss man hiebei die Lösung verdünnen, so füge man bei Gegenwart von Antimon der Lösung etwas Weinsäure zu!) Den Sulfidniederschlag sammelt man auf einem Filter, äschert zur Zerstörung der beigemengten organischen Substanz ein, nimmt wieder in

Säure (Salzsäure, eventuell Zusatz von wenig Salpetersäure) auf und fällt nun aus der Lösung:

Kupfer mit Natronlauge (Bestimmung als Oxyd).

Wismuth mit Ammoniak (Bestimmung als Oxyd).

Antimon mit Schwefelwasserstoff (Bestimmung als Trisulfid unter Erhitzen im Kohlensäurestrom zur Entfernung des Schwefels, vgl. Gewichtsanalyse pag. 115).

Zinn mit Schwefelwasserstoff (Bestimmung als Zinnoxid nach Einäscherung und Behandlung des Rückstandes mit konz. Salpetersäure, vergl. Gewichtsanalyse pag. 70).

(Vgl. bez. Kupfer p. 37, Wismuth p. 37, Antimon p. 35, Zinn p. 35.)

Quecksilber fällt man (nach Oxydation mit Salzsäure und chlors. Kalium) mit Schwefelwasserstoff als Sulfid; den Niederschlag wäscht man durch Dekantieren aus, löst nochmals in Salzsäure und wenig Salpetersäure auf und bestimmt wie bereits besprochen (vgl. p. 36). — Beim Dekantieren giesst man durch ein kleines Filter ab; zeigt sich hier etwas Sulfid, so löst man dies gleichfalls in etwas Königswasser und giebt zur Hauptmasse.

Arsen fällt man (nach Oxydation mit Salzsäure und Kaliumchlorat) mit Schwefelwasserstoff; den Niederschlag wäscht man durch Dekantieren aus, löst in Salzsäure und wenig Salpetersäure auf, reduziert in der Lösung — nach Verjagen des überschüssigen Chlors — die Arsensäure zu arseniger Säure etc., d. h. bestimmt das Trisulfid wie pag. 35 angegeben. — Beim Dekantieren giesst man durch ein kleines Filter ab und löst dann eventuell anhaftendes Schwefelarsen in Ammon auf. — Man kann natürlich auch im Anschluss an pag. 34 als Magnesiumarseniat bestimmen, auch Arsen als Arsenchlorür durch Destillation mit Eisenchlorür übertreiben und dann im Destillat als Trisulfid bestimmen (vgl. Gewichtsanalyse pag. 89).

Chrom bestimmt man, wie pag. 38 angegeben, als Chromoxyd unter Eindampfen der ursprünglichen oder der durch Oxydation mit Salzsäure und Kaliumchlorat erhaltenen Lösung.

Zink bestimmt man als Oxyd im Anschluss an p. 38 unter Verwendung der ursprünglichen oder der durch Oxydation erhaltenen Lösung.

Trennungen zweier anorganischer Gifte sind hier nicht berücksichtigt, nur bezüglich Chrom und Blei (Bleichromat), sowie Kupfer und Arsen (Schweinfurter Grün) sei Folgendes bemerkt!

Zur Trennung von Chrom und Blei reduziert man die Lösung in Salzsäure und Kaliumchlorat nach Verjagen des Chlors mit Alkohol, fällt Blei als Sulfat; im Filtrat bestimmt man dann Chrom wie oben.

Zur Trennung von Arsen und Kupfer destilliert man (vgl. oben) Arsen als Chlorür aus der Lösung ab; im Destillate bestimmt man Arsen als Sulfür, im Destillationsrückstand Kupfer nach Fällung als Sulfid etc. in Form von Oxyd.