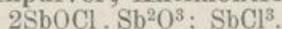


Anorganische Präparate.

Algarothpulver; Antimontrichlorid.

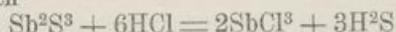
60 g Grauspiessglanzerz.

240 g rohe Salzsäure.

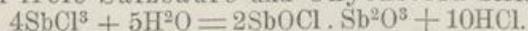
Das gepulverte Grauspiessglanzerz wird in einem Kolben in der (möglichst arsenfreien) Salzsäure gelöst; der hiebei entweichende Schwefelwasserstoff wird durch Einleiten in verdünnte Natronlauge unschädlich gemacht. Nach erfolgter Lösung wird durch Asbest oder Glaswolle vom Ungelösten (Quarz etc.) abfiltriert, das Filtrat auf ca. 100 cc eingengt und unter Umrühren in 2 l Wasser eingegossen. Das ausgeschiedene Antimonoxychlorid (Algarothpulver) wird durch Dekantation ausgewaschen, eventuell auf einem Filter gesammelt und bei gelinder Wärme (20—30°) getrocknet.

Zur Darstellung von Antimontrichlorid giebt man zu dem durch Dekantieren ausgewaschenen Oxychlorid 25%ige Salzsäure (auf 1 T. Oxychlorid $3\frac{1}{2}$ T. Säure), lässt, ohne zu erwärmen, unter zeitweiligem Umschwenken stehen und filtriert eventuell von ausgeschiedenem Chlorblei ab. Bringt man die Lösung durch Verdünnen mit Salzsäure oder durch Eindampfen auf 1,34 bis 1,36 spez. Gew., so erhält man den Liquor Stibii chlorati. Will man Antimontrichlorid darstellen, so giebt man die Lösung des Oxychlorides in der Salzsäure in eine tabulierte Retorte, die mit einer etwas Wasser enthaltenden, zu kühlenden Vorlage versehen ist. Man unterwirft nun im Sandbade der Destillation und treibt zunächst die Salzsäure über solange, bis ein Tropfen des Destillates mit Wasser eine starke milchige Trübung giebt. Nun legt man eine neue, trockene Vorlage vor und destilliert das Trichlorid (Sdp. 223°); dies erstarrt in der Vorlage allmählich krystallinisch.

Vorgang: Löst man das Grauspiessglanzerz in Salzsäure, so entsteht nach



unter Entwicklung von Schwefelwasserstoff Antimontrichlorid. Schwefelarsen bleibt hiebei, besonders wenn Sb^2S^3 im Ueberschusse ist, ungelöst. Durch Wasser wird das Chlorid in freie Salzsäure und Oxychlorid zerlegt:



Hiebei bleibt eventuell vorhandenes Eisen etc. in der Salzsäure.

Löst man wieder in Salzsäure, so hat man eine Lösung von Trichlorid in Salzsäure, bei richtigem spezif. Gewicht dem Liquor Stibii chlorati entsprechend.

Unterwirft man endlich diese Lösung der Destillation, so

geht zuerst Wasser, Salzsäure und etwa vorhandenes Arsen-trichlorid (Sdp. 134°) über, zuletzt das bei 223° siedende Antimontrichlorid.

Beschreibung: Algarothpulver wird zunächst amorph als weisses Pulver ausgeschieden, das sich allmählich in krystallinische Nadelchen verwandelt. — *Liquor Stibii chlorati* ist eine farblose ölige Flüssigkeit, die mit 4–5 T. Wasser einen Brei von Oxychlorid liefert. — Antimontrichlorid ist eine weisse, blättrig-krystallinische Masse.

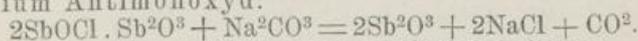
Prüfung: Das Algarothpulver löse man in Salzsäure, das Trichlorid ebenfalls und prüfe dann diese farblose (eisenfreie) Lösung nach der Vorschrift der Arzneimittel für *Liquor Stibii chlorati*: Man fälle durch Zusatz von Wasser die Hauptmasse des Antimons als Oxychlorid aus; die von diesem Brei abfiltrierte Flüssigkeit werde nach Zusatz von Weinsäure weder durch Natriumsulfat getrübt (Blei!), noch durch einen Ueberschuss von Ammoniakflüssigkeit blau gefärbt (Kupfer!). — Auf Arsen prüft man die salzs. Lösung durch Zusatz der officinellen Zinnchlorürlösung.

Antimonoxyd.

Sb^2O^3 .

Man stellt (wie oben) sich Algarothpulver dar und erwärmt dies mit einer etwa 10–15 g Natriumcarbonat enthaltenden wässrigen Lösung in einer Porzellanschale so lange, als noch Kohlensäure entweicht. Das gebildete Antimonoxyd wird abfiltriert, ausgewaschen und getrocknet.

Vorgang: Durch das Kochen mit Natriumcarbonatlösung entsteht unter Entweichen von Kohlensäure neben Chlor-natrium Antimonoxyd:



Beschreibung: Weisses krystallinisches Pulver.

Prüfung: wie oben, nach Lösen in Salzsäure.

Antimonpentasulfid.

Sb^2S^5 .

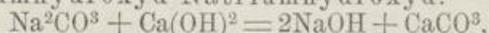
140 g kryst. Natriumcarbonat.
50 g gebrannter Kalk.
70 g Antimontrisulfid.
14 g Schwefel.

Man löscht den gebrannten Kalk mit 150 cc Wasser, trägt den gelöschten Kalk allmählich in die in einer eisernen Schale befindliche Lösung des Natriumcarbonats ein und giebt dann das Trisulfid und den Schwefel zu. Diese Mischung wird solange unter Ersatz des verdampfenden Wassers gekocht, bis die graue Farbe des ungelösten Theiles verschwun-

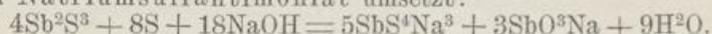
den ist. Man filtriert von letzterem ab und dampft das Filtrat zur Krystallisation ein; die ausgeschiedenen Krystalle von Natriumsulfantimoniat ($\text{SbS}^4\text{Na}^3 \cdot 9\text{H}^2\text{O}$, *Schlippe'sches Salz*) werden mit verdünnter Natronlauge gewaschen und zwischen Fliesspapier abgepresst.

Zur Darstellung des Antimonpentasulfides aus dem Sulfantimoniat werden 24 g *Schlippe'sches Salz* in 100 g Wasser gelöst, mit 600 g Wasser verdünnt und nun in eine erkaltete Mischung von 9 g konz. Schwefelsäure und 200 g Wasser unter Umrühren eingegossen. Das ausfallende Pentasulfid muss sofort abfiltriert werden; es wird sofort ausgewaschen, bis das Ablaufende nicht mehr auf Chlorbaryum reagiert, dann abgepresst und bei Ausschluss des Lichtes möglichst rasch getrocknet.

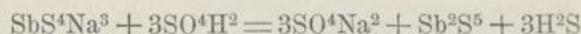
Vorgang: Aus dem Natriumcarbonat entsteht durch das Calciumhydroxyd Natriumhydroxyd:



das sich dann mit dem Antimontrisulfid und dem Schwefel zu Natriumsulfantimoniat umsetzt:



Das Sulfantimoniat wird durch die Schwefelsäure nach



unter Schwefelwasserstoffentwicklung in Natriumsulfat und Pentasulfid umgesetzt. Der Niederschlag ist rasch von der schwefelwasserstoffhaltenden Sulfatlösung zu trennen, damit sich nicht unter Einwirkung des Sauerstoffs der Luft Schwefel auf dem Pentasulfid niederschlägt. Es wird bei Lichtabschluss getrocknet zur Vermeidung von Säuerung.

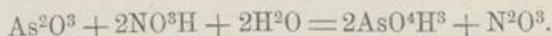
Beschreibung: Natriumsulfantimoniat bildet farblose oder meist schwach gelb gefärbte Tetraeder, die sich an der Luft infolge oberflächlicher Zersetzung leicht (durch Sb^2S^5) bräunlich färben. In gut verschlossenen Gefässen aufzubewahren. — Antimonpentasulfid (Goldschwefel, *Stibium sulfuratum aurantiacum*) ist ein feines orangegelbes geruchloses Pulver. Beim Erhitzen in Glühröhrchen sublimiert Schwefel, während schwarzes Schwefelantimon (Sb^2S^3) zurückbleibt.

Prüfung des Pentasulfides: 100 cc Wasser werden mit 1 g Goldschwefel auf 10 cc eingekocht, nach dem Erkalten filtriert und das Filtrat auf 1 cc eingedampft. Wird diese Flüssigkeit mit 3 cc Zinnchlorürlösung vermischt, so darf im Lauf einer Stunde eine Färbung nicht eintreten. (Arsen, resp. aus Arsentrisulfid entstehende arsenige Säure!) 1 g Goldschwefel, mit 20 cc Wasser geschüttelt, gebe ein Filtrat, das durch Silbernitratlösung opalisierend getrübt, aber nicht gebräunt werden darf. Baryumnitratlösung darf das Filtrat nicht sofort trüben. (Prüfung auf Chlorid und Sulfat, sowie unterschweflige Säure.) Arzneibuch.

Arsensäure.
 $\text{AsO}^4\text{H}^3 \cdot \frac{1}{2}\text{H}^2\text{O}$.

Die bei der Entwicklung von salpetriger Säure (vgl. Amylnitrit!) erhaltene grüne Lösung von Arsensäure giesst man von dem unverbrauchten Arsen trioxyd ab und verdampft sie im Wasserbade zur Trockne. Der farblose Rückstand wird in wenig heissem Wasser aufgenommen und bei starker Kälte zur Krystallisation gebracht.

Vorgang: Beim Erwärmen von arseniger Säure mit Salpetersäure entsteht neben salpetriger Säure Arsensäure:



Beschreibung: Die Arsensäure (Acidum arsenicum) krystallisiert aus der syrupdicken Lösung in der Kälte in kleinen rhombischen Tafeln. Sehr zerfliesslich.

Prüfung: Die wässerige Lösung (1:10) gebe mit Salzsäure angesäuert auf Zusatz eines Krystalles Natriumthiosulfat beim Erwärmen einen gelben Niederschlag. (Prüfung auf Arsen! Identitätsreaktion.) 20 cc der wässerigen Lösung (1:100) sollen durch zwei Tropfen Kaliumpermanganatlösung dauernd rot gefärbt werden. (Abwesenheit von arseniger Säure, die reduzierend wirken würde!) (Arzneimittel.)

Arsentriiodid.
 AsJ^3 .

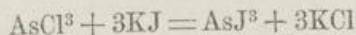
20 g Arsen trioxyd.
 50 g Jodkalium.

Man löst das Arsen trioxyd in heisser Salzsäure und fällt aus der heissen Lösung durch Zusetzen der konzentrierten Lösung des Jodkaliums das Triiodid aus. Das gefällte gelbrote Krystallpulver wird mit 25%iger Salzsäure ausgewaschen.

Vorgang: Die salzs. Lösung der arsenigen Säure bildet nach



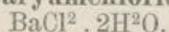
oder nach



unlösliches Triiodid neben Chlorkalium. Durch das Waschen mit Salzsäure wird überschüssige arsenige Säure entfernt.

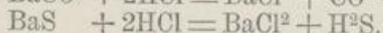
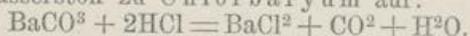
Beschreibung: Glänzenderotgelbkrystallinische Schüppchen von jodartigem Geruch; in Wasser unter teilweiser Zersetzung löslich, auch in Weingeist, Aether und Schwefelkohlenstoff löslich.

Prüfung: Das Arsentriiodid darf beim Erhitzen keinen Rückstand hinterlassen und muss sich in Schwefelkohlenstoff vollständig und klar lösen. (Arzneimittel.)

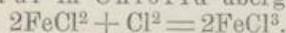
Baryumchlorid.

Man löse Witherit in Salzsäure oder benutze die bei der Darstellung von Schwefelwasserstoff aus technischem Schwefelbaryum abfallende (von ungelöstem Baryumsulfat und Kohle abzufiltrierende) Chlorbaryumlösung. Die Lösung versetzt man in beiden Fällen mit etwas Chlorwasser (zur Oxydation etwa vorhandenen Eisens), erwärmt und verjagt das überschüssige Chlor. Nun giebt man Barytwasser bis zur alkalischen Reaktion zu, erwärmt und filtriert vom Niederschlag (Eisenhydroxyd, Magnesiumhydroxyd etc.) ab. Das Filtrat säuert man mit einigen Tropfen Salzsäure an und dampft zur Krystallisation ab.

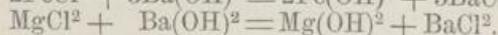
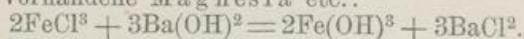
Vorgang: Witherit (BaCO^3) löst sich unter Kohlensäureentwicklung, Schwefelbaryum unter Entwicklung von Schwefelwasserstoff zu Chlorbaryum auf:



Giebt man — eventuell nach Austreiben des Schwefelwasserstoffs — zur Lösung Chlorwasser, so wird vorhandenes Eisenchlorür in Chlorid übergeführt:



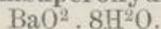
Durch Baryumhydroxyd wird dies nun gefällt, ebenso eventuell vorhandene Magnesia etc.:



Das alkalisch reagierende Filtrat würde Kohlensäure aus der Luft anziehen und sich unter Abscheidung von Baryumcarbonat trüben; daher Zusatz von etwas Salzsäure.

Beschreibung: Farblose, tafelförmige, luftbeständige Krystalle.

Prüfung: Die wässrige Lösung (1:20) darf Lackmuspapier nicht verändern und durch Schwefelwasserstoffwasser eine Veränderung nicht erleiden. (Prüfung auf freie Säure und Metalle.) 20 cc derselben dürfen durch 0,5 cc Kaliumferrocyanidlösung nicht verändert werden. (Prüfung auf Eisen.) Durch Zusatz von Schwefelsäure von Baryum befreit, darf sie beim Verdampfen einen feuerbeständigen Rückstand nicht hinterlassen. (Prüfung auf Magnesia etc.) Wird das gepulverte Salz mit Weingeist geschüttelt, so darf das Filtrat weder beim Anzünden mit roter Flamme brennen, noch nach dem Eindampfen einen zerfließlichen Rückstand hinterlassen. (Strontium-, Calciumchlorid.) Arzneimittel.

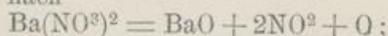
Baryumsuperoxydhydrat.

Man stelle sich zunächst aus 60 g Baryumnitrat Ba-

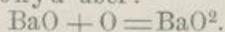
ryumoxyd her, indem man das Nitrat allmählich in einen weisssglühenden Tiegel aus echtem Porzellan einträgt, der mit einem gut schliessenden Deckel verschlossen gehalten wird. Man erhält eine Stunde auf möglichst hoher Temperatur, lässt erkalten, entfernt eventuell die obere (durch Manganat) grün gefärbte Schicht und füllt nun das so erhaltene Baryumoxyd rasch (nach dem Pulvern) locker in eine schwer schmelzbare Glasröhre. Diese wird im Verbrennungsofen ganz schwach ge-
glüht und ein Strom trockenen Sauerstoffs übergeleitet. (Den Sauerstoff entwickelt man sich aus Kaliumchlorat und Braunstein (gleiche Gewichtsteile), die man mit Hilfe eines Kartenblattes mischt und dann in einer schwer schmelzbaren Retorte auf direkter Flamme vorsichtig erhitzt, so lange Gas entweicht. Dies Gas sammelt man in einem Gasometer an. Es wird dann durch konz. Schwefelsäure geleitet zum Trocknen.)

Das erhaltene Baryumsuperoxyd trägt man in 50 cc auf 0° abgekühlte, verdünnte Salzsäure ein, filtriert die noch schwach sanere Lösung in 500 cc eiskaltes Barytwasser und saugt das in flimmernden Krystallblättchen sich ausscheidende Baryumsuperoxydhydrat an der Pumpe ab. Es wird mit wenig Eiswasser nachgewaschen und in Form feuchter Paste aufbewahrt. (Man kann auch die saure Baryumsuperoxydlösung zunächst nur mit soviel Barytwasser versetzen, dass ein geringer Niederschlag des Superoxydhydrates entsteht, dann von diesem etwa vorhandenes Eisen- und Aluminiumhydroxyd enthaltenden Niederschlage abfiltrieren und diese filtrierte Lösung in den Rest des Barytwassers eintragen.)

Vorgang: Aus Baryumnitrat entsteht beim Glühen Baryumoxyd nach



bei ungenügendem Erhitzen enthält die so erhaltene Masse Nitrit. — Erhitzt man das Baryumoxyd auf 5—600°, so geht es in Baryumsuperoxyd über:



(Dieses zerfällt beim Erhitzen auf ca. 800° wieder in Sauerstoff und Baryumoxyd.) — Löst man das Superoxyd in Salzsäure, so erhält man eine Lösung von Wasserstoffsuperoxyd neben Baryumchlorid; auf Zusatz von Baryumhydroxyd fällt dann das Superoxydhydrat:



Beschreibung: Glänzende Blättchen (mit 8 Mol. H₂O).

Prüfung: Mit Lackmuspapier auf etwa bei Mangel an Salzsäure beigemengtes Barythydrat.

Bleisuperoxyd.



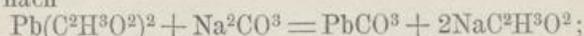
a. 50 g Bleiacetat.

12 g Natriumcarbonat, kryst.
250 cc Wasser.

Die beiden Salze werden jedes für sich in 50 cc Wasser gelöst und die Lösungen in einem Glaskolben gemischt. In diese Mischung wird so lange Chlorgas eingeleitet, bis der Niederschlag eine einheitliche dunkelbraune Farbe angenommen hat. Er wird abfiltriert und ausgewaschen.

b. Oder man digeriert Mennige unter gelindem Erwärmen mit Salpetersäure, bis die Farbe des ungelösten Teiles sich nicht mehr ändert, filtriert das gelöste Bleinitrat vom ungelösten Superoxyd ab und wäscht letzteres mit heissem Wasser aus.

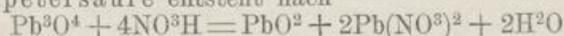
Vorgang: Im ersteren Falle fällt zunächst Bleicarbonat nach



durch Einleiten von Chlorgas führt man dies dann in Superoxyd über:



Bei dem Behandeln von Mennige $\text{Pb}^3\text{O}^4 (= \text{PbO}^2 \cdot 2\text{PbO})$ mit Salpetersäure entsteht nach



das Superoxyd neben dem Nitrat.

Beschreibung: Dunkelbraunes Pulver.

Prüfung: ad a.: Darf an Wasser weder Chlornatrium, noch Natrium- oder gar Bleiacetat abgeben; Prüfung des wässerigen Auszugs mit Silbernitrat, Schwefelwasserstoffwasser, dann Prüfung auf Flammenfärbung. ad b. Darf kein Bleinitrat enthalten, auch an Salpetersäure keines abgeben.

Bleijodid.

PbJ^2 .

Das bei der Darstellung von Bleisuperoxyd erhaltene Bleinitrat löst man in 20 T. Wasser und giesst die erkaltete Lösung in die kalte Lösung der gleichen Menge Jodkalium (1 T. auf 10 T. Wasser). Den Niederschlag sammelt man auf einem Filter, wäscht mit kaltem Wasser aus und trocknet bei mässiger Wärme. — Man kann es auch in viel Wasser (der 200fachen Menge) lösen und so krystallinisch erhalten.

Vorgang: $\text{Pb}(\text{NO}^3)^2 + 2\text{KJ} = \text{PbJ}^2 + 2\text{NO}^3\text{K}$.

Beschreibung: Schweres citronengelbes Pulver oder (nach dem Umkrystallisieren) goldgelbe, glänzende Blättchen. In kaltem Wasser sehr schwer löslich.

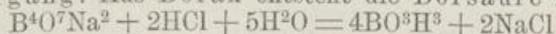
Prüfung: Man löse in heisser Ammoniumchloridlösung, in der es unter Bildung von Doppelsalzen löslich ist, und fälle das Blei mit Schwefelwasserstoff aus. Das Filtrat muss dann beim Verdampfen und schwachen Glühen flüchtig sein. (Pharm. Germ. II.)

Borsäure.

a. Eine heiss gesättigte Boraxlösung (1:2) wird mit roher Salzsäure im Ueberschuss versetzt. Die nach 2stündigem Stehen ausgeschiedenen Borsäurekrystalle werden nochmals aus Wasser (3 Teile) umkrystallisiert.

b. Aus Boracit (Stassfurtit) erhält man Borsäure in folgender Weise: 100 g Boracit werden in ein Gemisch von 150 g roher Salzsäure und 350 g Wasser eingetragen unter Erwärmen. Die ausgeschiedene Borsäure wird aus Wasser umkrystallisiert.

Vorgang: Aus Borax entsteht die Borsäure nach

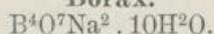


neben Chlornatrium; bei der Umsetzung des Boracits entsteht neben Borsäure Chlormagnesium:



Beschreibung: Farblose, glänzende, schuppenförmige, fettig anzufühlende Krystalle, in 3 T. siedenden, 25 T. kalten Wassers löslich.

Prüfung: Die wässrige Lösung darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser, noch durch Silbernitratlösung getrübt werden. (Prüfung auf Metalle und Chloride.) Sie darf (bei b) auch nicht nach Zusatz von Ammoniakflüssigkeit durch Natriumphosphatlösung verändert werden. (Magnesia.)

Borax.

Die aus Boracit erhaltene Borsäure (s. o.) wird in heissem Wasser gelöst und mit einer Lösung von reiner Soda neutralisiert, so lange Aufbrausen erfolgt; diese Boraxlösung wird zur Krystallisation eingedampft. Der erhaltene Borax wird (nach dem Abfiltrieren) aus der doppelten Menge Wasser umkrystallisiert; die Lösung soll erst unter 60° C. Krystalle abscheiden, sonst ist Wasser zuzusetzen.

Vorgang: $4\text{BO}^3\text{H}^3 + \text{Na}^2\text{CO}^3 = \text{B}^4\text{O}^7\text{Na}^2 + \text{CO}^2 + 6\text{H}^2\text{O}.$

Beschreibung: Krystallisiert unterhalb 60° C. in monoklinen Prismen mit 10 Mol. H^2O ; über 60° würde sich statt dieses prismatischen Borax der oktaedrische Borax mit 5 Mol. H^2O abscheiden.

Prüfung: Die wässrige Lösung (1:50) darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser, noch durch Ammoniumoxalat verändert werden und nach dem Ansäuern mit Salpetersäure, welche kein Aufbrausen veranlassen darf, weder durch Baryumnitrat-, noch durch Silbernitratlösung verändert werden. Auch mit Ferrocyankaliumlösung darf die wässrige Lösung nicht sofort gebläut werden. (Metalle,

Kalk, Sulfate, Chloride, Eisen.) Arzneibuch. — Sie darf auch nach Zusatz von Salmiak und Ammoniak durch Natriumphosphatlösung nicht getrübt werden. (Magnesia.)

Bromwasserstoff.

HBr.

a. Etwa 25 g Brom werden in einem hohen, schmalen Cylinder mit 100 cc Wasser überschichtet und dann durch ein bis auf den Boden des Gefäßes reichendes Rohr solange Schwefelwasserstoff eingeleitet, bis der Geruch nach Brom verschwunden ist. Es wird dann vom ausgeschiedenen Schwefel abfiltriert, das Filtrat durch gelindes Erwärmen vom Schwefelwasserstoff befreit und destilliert. Man bringt auf das spez. G. 1,208, entspr. 25% BrH.

b. 50 g Eisenfeile übergießt man in einem Kolben mit $\frac{1}{2}$ l Wasser und trägt unter Umschütteln 100 g Brom in kleinen Quantitäten ein, indem man jedes Mal die Entfärbung abwartet. Man filtriert das Eisenbromür vom überschüssigen Eisen ab, giebt noch 33 g Brom zu. Die so erhaltene Lösung von Eisenbromürbromid versetzt man mit Barytwasser, solange noch schwarzes Eisenoxyduloxyd ausfällt. Man erwärmt und filtriert; das Filtrat verdampft man zur Krystallisation und reinigt das so erhaltene Baryumbromid durch Umkrystallisieren, nachdem man eventuell vorhandenes Baryhydrat durch Kohlensäure entfernt hat.

Das Baryumbromid löst man in der doppelten Menge Wassers und setzt zur Lösung unter Umrühren Schwefelsäure (auf 50 g $\text{BaBr}^2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 15 g konz. SO^4H^2 mit 30 g Wasser verdünnt). Der Niederschlag wird abfiltriert und mit Wasser (30 g) nachgewaschen. Das Filtrat destilliert man aus einer Retorte; es destilliert bis 120° eine sehr verdünnte, oberhalb 120° eine konzentriertere Säure. Man bringt auf das spez. G. 1,208, entspr. 25% BrH.

Vorgang: a. $\text{Br}^2 + \text{H}_2\text{S} = 2\text{HBr} + \text{S}$.

b. $\text{Fe} + \text{Br}^2 = \text{FeBr}^2$.

$3\text{FeBr}^2 + \text{Br}^2 = \text{Fe}^3\text{Br}^8$.

$\text{Fe}^3\text{Br}^8 + 4\text{Ba}(\text{OH})^2 = 4\text{BaBr}^2 + \text{Fe}^3\text{O}^4 + 4\text{H}_2\text{O}$.

$\text{BaBr}^2 + \text{SO}^4\text{H}^2 = \text{BaSO}^4 + 2\text{HBr}$.

Beschreibung: Klare, farblose, in der Wärme flüchtige Flüssigkeit.

Prüfung: Mit 5 Raumteilen Wasser verdünnt werde Bromwasserstoffsäure weder von Schwefelwasserstoffwasser, noch durch Baryumnitratlösung verändert. (Metalle, Schwefelsäure.) Mit ihrer gleichen Raummenge Chloroform geschüttelt, färbe sie dieses weder gelb, noch nach vorherigem Zusatz von Eisenchloridlösung violett. (Brom, Jod resp. JH.) 10 cc einer Mischung von Bromwasserstoffsäure mit Wasser (3 g = 100 cc) dürfen, nach genauer Sättigung mit

Ammoniakflüssigkeit und nach Zusatz einiger Tropfen Kaliumchromatlösung, nicht mehr als 9,3 cc $\frac{1}{10}$ Silberlösung bis zur bleibenden Rötung brauchen. (Prüfung auf Salzsäure durch Titration.) 10 cc der mit 10 T. Wasser verdünnten Säure dürfen durch 0,5 cc Kaliumferrocyanidlösung nicht sofort bläulich gefärbt werden. (Eisen.) 5 cc Bromwasserstoffsäure sollen 18,7 cc Normalkalilauge sättigen. (Arzneibuch.)

Cadmiumjodid.



12 g Cadmium.

25 g Jod.

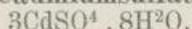
Man giebt in eine Schüttelflasche 12 g zerkleinertes Cadmium und 50 g Wasser und trägt allmählich 25 g Jod ein. Ist Entfärbung eingetreten, so filtriert man vom ungelösten Cadmium ab und verdampft die farblose Lösung zur Krystallisation.

Vorgang: $\text{Cd} + \text{J}^2 = \text{CdJ}^2$.

Beschreibung: Luftbeständige, farblose Blättchen.

Prüfung: Löst man in ausgekochtem Wasser und schüttelt nach dem Erkalten mit Chloroform, so darf sich dieses nicht röten. (Freies Jod.) Löst man in Wasser und fällt mit Natronlauge im Ueberschuss das Cadmium aus, so darf das alkalische Filtrat auf Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser keinen Niederschlag geben. (Zink, auch Blei.)

Cadmiumsulfat.



Man erwärmt 10 g zerkleinertes Cadmium mit verdünnter Schwefelsäure (10 g konz. Säure, 40 g Wasser) und 18 g officineller Salpetersäure bis zur Lösung, verdampft die Lösung zur Trockne (Wasserbad!) und krystallisiert den Rückstand durch Lösen in 2 T. heissen Wassers um.

Vorgang: Cadmium löst sich in Schwefelsäure nach $\text{Cd} + \text{SO}^4\text{H}^2 = \text{CdSO}^4 + \text{H}^2$

nur langsam, deshalb Zusatz von Salpetersäure.

Beschreibung: Grosse, farblose, prismatische Krystalle.

Prüfung: Fällt man die mit Salzsäure angesäuerte Lösung durch Schwefelwasserstoff, so darf das Filtrat beim Verdampfen keinen Rückstand hinterlassen. (Zink etc.) Pharm. Germ. I. — Da das Salz mit verschiedenem Wassergehalt krystallisieren kann, bestimmt man durch gelindes Glühen den Wassergehalt.

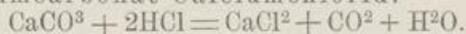
Calciumcarbonat.



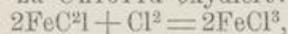
20 T. Calciumcarbonat (Kalkspath oder Marmor) wer-

den mit 50 Teilen officineller Salzsäure und 50 T. Wasser übergossen und, sobald die Einwirkung in der Kälte aufgehört hat, damit erwärmt. Die klar abgegossene Lösung wird mit Chlorwasser im Ueberschusse vermischt. Hierauf erwärmt man, bis der Chlorgeruch verschwunden ist, und lässt eine halbe Stunde bei 35—40° mit 1 Teil Kalkhydrat stehen. Man filtriert ab und fällt bei gewöhnlicher Temperatur mit einer ammoniakhaltigen Ammoncarbonatlösung, die man bis zu bleibender alkalischer Reaktion und völliger Fällung zusetzt. Es entsteht zunächst ein voluminöser, amorpher Niederschlag, der nach einiger Zeit dicht und krystallinisch wird. Er wird auf dem Filter gesammelt und ausgewaschen, bis das Filtrat keine Chlorreaktion mehr zeigt.

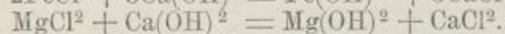
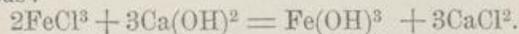
Vorgang: Durch das Lösen in Salzsäure entsteht aus dem Calciumcarbonat Calciumchlorid:



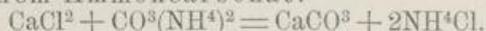
Um nun eventuell vorhandenes Eisenoxydul, sowie Magnesia zu entfernen, setzt man zunächst Chlorwasser zu, welches das Eisenchlorür zu Chlorid oxydiert:



und fällt nun mit Kalkhydrat Eisen- und Magnesiumhydroxyd aus:



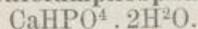
Man filtriert vom Niederschlage und vom ungelösten Kalk ab und fällt die nun reine Chlorcalciumlösung mit ammoniakalischem Ammoncarbonat:



Beschreibung: Weisses, mikrokrystallinisches, in Wasser fast unlösliches Pulver.

Prüfung: 1 T. Calciumcarbonat, mit 50 T. Wasser geschüttelt, geben ein Filtrat, welches nicht alkalisch reagiert und beim Verdunsten einen wägbaren Rückstand nicht hinterlässt (Prüfung auf fremde Salze). Die mit Hilfe von Essigsäure hergestellte wässrige Lösung (1=50) darf durch Baryumnitratlösung nicht sofort verändert und durch Silbernitratlösung nur opalisierend getrübt werden. (Sulfate, Chloride. Einen Teil der essigs. Lösung prüfe man mittelst Gipswassers auf Baryt und Strontian.) Die mit Hilfe von Salzsäure hergestellte wässrige Lösung (1=50) darf durch Uebersättigung mit Ammoniak nicht getrübt werden. (Calciumphosphat, Thonerde.) Die mit Hilfe von Salzsäure aus 1 g Calciumcarbonat dargestellte wässrige Lösung (1=50) darf durch 0,5 cc Kaliumferrocyanidlösung nicht verändert werden. (Eisen.) (Arzneibuch.)

Calciumphosphat.



Man stelle zunächst nach der bei Calciumcarbonat ge-

gebenen Vorschrift eine eisen- und magnesiafreie Chlorcalciumlösung her und gebe dann zur filtrierten erkalteten Lösung 1 T. offic. Phosphorsäure und nach und nach unter Umrühren eine Lösung von 61 T. Natriumphosphat in 300 T. warmem Wasser, die bis auf 25 bis 20° abgekühlt ist. Hierauf wird das Ganze so lange umgerührt, bis der entstandene Niederschlag krystallinisch geworden ist. Derselbe wird auf einem angefeuchteten, leinenen Tuche gesammelt und so lange mit Wasser ausgewaschen, bis eine Probe der Waschflüssigkeit, mit Salpetersäure angesäuert, mit Silbernitratlösung nur noch eine schwache Opalescenz zeigt. Nach vollständigem Auswaschen wird der Niederschlag stark ausgepresst, bei gelinder Wärme getrocknet und fein gepulvert.

Vorgang: $\text{CaCl}^2 + \text{PO}^4\text{Na}^2\text{H} = \text{PO}^4\text{CaH} + 2\text{NaCl}$.

Beschreibung: Leichtes weisses krystallinisches Pulver.

Prüfung: Wird 1 g Calciumphosphat mit 3 cc Zinnchlorürlösung geschüttelt, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung nicht eintreten. (Arsen.) Wird Calciumphosphat mit 20 T. Wasser geschüttelt, so darf das mit Essigsäure angesäuerte Filtrat durch Baryumnitratlösung nicht verändert werden. (Sulfate.) Die mit Hülfe von Salpetersäure hergestellte wässrige Lösung (1 = 20) darf durch Silbernitratlösung nach 2 Minuten nur opalisierend getrübt werden und muss, mit überschüssiger Ammoniakflüssigkeit und Schwefelwasserstoffwasser versetzt, einen rein weissen Niederschlag geben. (Chloride, Metalle.) Der Glühverlust betrage 25 bis 26 von 100 Teilen. (Richtiger Wassergehalt.) Arzneibuch. — Löst man eine Probe in verdünnter Salpetersäure und setzt Gipslösung zu, so darf kein Niederschlag entstehen. (Baryt, Strontian.)

Chlorwasser.

Man fülle einen Kolben zur Hälfte mit etwa haselnussgrossen Braunsteinstücken, versehe ihn mit paraffiniertem Korkstöpsel, durch dessen Bohrungen ein Scheidetrichter und ein Gasableitungsrohr gehen, setze ihn in ein Sandbad und verbinde mit einer Wasser enthaltenden Waschflasche und diese mit der etwa 1 l fassenden, mit Wasser (von cca 10° C.) gefüllten Vorlage. Die Vorlage sei ebenfalls verschlossen und mit einer zweiten mit Kalkmilch beschickten Flasche verbunden; in diesen tauche das Ableitungsrohr einige Centimeter tief ein.

Nun lasse man in den Entwicklungskolben allmählich 100 g rohe Salzsäure (mit $\frac{1}{5}$ Wasser verdünnt) einfließen. Ist die Salzsäure zugegeben, so erwärme man gelinde. Das in der Waschflasche von Salzsäure befreite Chlor wird vom Wasser absorbiert. Man bestimme (s. u.) den Chlorgehalt.

(Man kann das Chlor auch durch Einwirkung von Schwe-

felsäure (10 T. conc. Säure und 10 T. Wasser) auf ein Gemisch von Kochsalz (4 T.) und Braunstein (4 T.) entwickeln).

Vorgang: $\text{MnO}_2 + 4\text{HCl} = \text{MnCl}_2 + \text{Cl}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$.

$\text{MnO}_2 + 2\text{NaCl} + 2\text{SO}^4\text{H}^2 = \text{MnSO}_4 + \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{Cl}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$.

Beschreibung: Klare, gelbgrüne Flüssigkeit von erstickendem Geruch. Vor Licht geschützt aufzubewahren.

Prüfung: Zur Prüfung auf übergerissene oder durch Einwirkung des Lichtes gebildete Salzsäure schüttelt man eine Probe des Chlorwassers mit überschüssigem Quecksilber; es wird das Chlor als Quecksilberchlorür gebunden; die abgegossene Flüssigkeit darf dann mit Silbernitratlösung keinen Niederschlag geben. — Prüfung auf Schwefelsäure mit Baryumchloridlösung. — Gehaltsbestimmung nach dem Arzneibuch: Werden 25 g Chlorwasser in eine wässrige Lösung von 1 g Kaliumjodid eingegossen, so müssen zur Bindung des ausgeschiedenen Jods mindestens 28,2 cc $\frac{1}{10}$ Natriumthiosulfatlösung verbraucht werden.

Chlorwasserstoff.

HCl.

Zur Darstellung reiner Salzsäure lässt man in einen Kolben von 500 cc Inhalt, welcher cc 100 g Kochsalz enthält, aus einem Hahntrichter langsam konz. Schwefelsäure eintropfen und leitet den entwickelten Chlorwasserstoff bis zur Sättigung in Wasser.

Vorgang: $\text{NaCl} + \text{SO}^4\text{H}^2 = \text{SO}^4\text{HNa} + \text{HCl}$.

Beschreibung: Farblose Flüssigkeit.

Prüfung: Ermittlung des spezif. Gewichtes; Gehaltsbestimmung durch Titration. — Prüfung auf Arsen mit Zinnchlorür oder (schärfer) im *Marsh'schen* Apparat. — Die Säure darf, mit Wasser verdünnt, durch Baryumchloridlösung, auch nach Zusatz von Jodlösung bis zur schwach gelben Färbung, nicht verändert werden. (Prüfung auf Schwefelsäure und schweflige Säure.)

Chromsäureanhydrid.

CrO_3 .

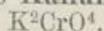
Ein Raumteil einer bei 15—18° gesättigten Kaliumdichromatlösung (löst sich bei gewöhnlicher Temperatur in 10 T. Wasser!) wird mit $1\frac{1}{2}$ Raumteilen konzentrierter Schwefelsäure gemischt. Beim Erkalten krystallisiert das Chromsäureanhydrid aus, das auf einem Trichter über etwas Asbest gesammelt, nach dem Ablaufen der Mutterlauge mit etwas konz. Salpetersäure (1,45 sp. G.) abgespült und dann auf einem Thonteller getrocknet wird.

Vorgang: $\text{Cr}_2\text{O}_7\text{K} + 2\text{SO}^4\text{H}^2 = \text{CrO}_3 + 2\text{SO}^4\text{HK} + \text{H}_2\text{O}$.

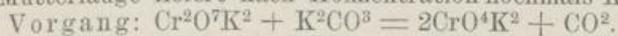
Beschreibung: Dunkelbraunrote, stahlgänzende Krystalle.

Prüfung: Die wässrige Lösung der Chromsäure (1 = 100), mit Salzsäure versetzt, darf durch Baryumnitratlösung nicht verändert werden. (Schwefelsäure.) Der nach dem Glühen von Chromsäure verbleibende Rückstand (Chromoxyd) darf an Wasser nichts abgeben. (Prüfung auf Chromate.)

Neutrales Kaliumchromat.



Kaliumdichromat wird in der doppelten Menge Wasser gelöst und die Lösung mit Kaliumcarbonat bis zur schwach alkalischen Reaktion versetzt. Beim Erkalten der (eventuell filtrierten) Lösung scheidet sich das neutrale Chromat aus; die Mutterlauge liefert nach Konzentration nochmals Krystalle.



Beschreibung: Gelbe, rhombische, luftbeständige Krystalle.

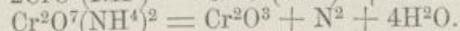
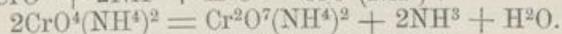
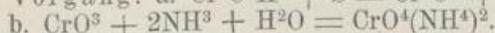
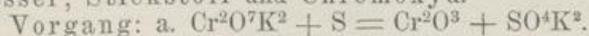
Prüfung: Die mit Salpetersäure stark angesäuerte, wässrige Lösung (1 = 20) darf weder durch Baryumnitrat-, noch durch Silbernitratlösung verändert werden. (Chloride, Sulfate.)

Chromoxyd.



a. 20 g feingepulvertes Kaliumdichromat werden mit 5 g Schwefel innig gemischt und eine Stunde lang im bedeckten Tigel im Muffelofen oder über dem Gebläse geglüht. Nach dem Erkalten wird die Masse zerrieben, mit Wasser mehrmals ausgekocht und getrocknet.

b. Man giebt zu einer Chromsäurelösung überschüssiges Ammoniak und verdunstet die Lösung. Das hinterbleibende Ammoniumdichromat zerfällt beim vorsichtigen Erhitzen in einem Tiegel unter Erglühen und stärkerem Aufblähen in Wasser, Stickstoff und Chromoxyd.



Beschreibung: a. Dichtes grünes Pulver. b. Lockere grüne Masse (sog. Vesuvthee).

Prüfung. Darf beim Auslaugen an Wasser nichts abgeben; insbesondere darf (bei a) kein Kaliumsulfat vorhanden sein. (Prüfung des wässrigen Auszugs mit Chlorbaryumlösung!)

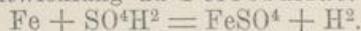
Ferrosulfat.



2 T. Eisen (reiner Eisendraht) werden mit einer Mischung

aus 3 T. Schwefelsäure und 8 T. Wasser übergossen. Die noch warme Lösung wird, sobald die Gasentwicklung nachgelassen hat, in 4 T. Weingeist filtriert, welchen man in kreisender Bewegung erhält. Das Krystallmehl wird sofort auf ein Filter gebracht, mit Weingeist nachgewaschen, dann ausgepresst und auf Filtrierpapier zum raschen Trocknen ausgebreitet. (Arzneibuch.)

Vorgang: Eisen löst sich in der Schwefelsäure unter Wasserstoffentwicklung zu Ferrosulfat:

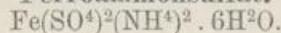


Der Ueberschuss von Eisen verhindert die Bildung von Ferrisulfat. Das Ferrosulfat wird dann wasserhaltig durch den Alkohol ausgefällt.

Beschreibung: Krystallinisches, blass grünliches Pulver.

Prüfung: Die mit ausgekochtem und abgekühltem Wasser frisch bereitete Lösung (1:20) sei klar, von grünlich blauer Farbe und fast ohne Wirkung auf blaues Lackmuspapier. (Abwesenheit von basischem Ferrisulfat und von freier Schwefelsäure.) Werden 2 g des Salzes in wässriger Lösung mit Salpetersäure oder Bromwasser oxydiert und dann mit einem Ueberschuss von Ammoniakflüssigkeit versetzt, so darf das farblose Filtrat durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden, auch beim Abdampfen und Glühen einen Rückstand nicht hinterlassen. (Kupfer, Zink, Alkalien oder alkal. Erden.) (Arzneibuch.)

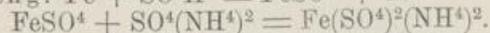
Ferroammonsulfat.



a. Etwa 300 cc verdünnte Schwefelsäure (1:5) werden in 2 Hälften geteilt. In der einen Hälfte wird Eisendraht bis zur vollkommenen Sättigung in der Wärme gelöst, die andre Hälfte wird mit Ammoncarbonat genau neutralisiert. Die Ferrosulfatlösung wird in die Ammonsulfatlösung filtriert und die erhaltene Mischung zur Krystallisation gebracht.

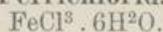
b. Man löst einerseits 1 Mol. reines Ferrosulfat (s. o.), andererseits 1 Mol. Ammonsulfat, mischt die Lösungen und bringt zur Krystallisation.

Vorgang: $\text{Fe} + \text{SO}^4\text{H}^2 = \text{FeSO}^4 + \text{H}^2.$



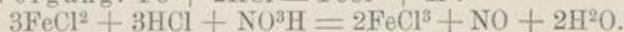
Beschreibung: Grünliche, harte Krystalle.

Prüfung: Werden 2 g des Salzes in wässriger Lösung mit Salpetersäure oxydiert und dann mit einem Ueberschuss von Ammoniakflüssigkeit versetzt, so darf das farblose Filtrat durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden, auch beim Abdampfen und Glühen einen wägbaren Rückstand nicht geben. (Kupfer, Zink, Alkalien und alkal. Erden.) (Arzneimittel.)

Ferrichlorid.

1 Teil Eisen (Eisendraht) wird mit 4 T. Salzsäure in einem geräumigen Kolben, unter Vermeidung eines Verlustes, so lange gelinde erwärmt, bis eine Einwirkung nicht mehr stattfindet. Die Lösung wird alsdann noch warm auf ein zuvor gewogenes Filter gebracht, der Filtrerrückstand mit Wasser nachgewaschen und gewogen. Für je 100 T. aufgelöstes Eisen werden der Lösung hinzugefügt 260 T. Salzsäure und 135 T. Salpetersäure und die Mischung in einem Glaskolben oder einer Flasche auf dem Wasserbade erhitzt, bis sie eine rötlichbraune Farbe angenommen hat und 1 Tropfen, mit Wasser verdünnt, durch Kaliumferricyanidlösung nicht mehr blau gefärbt wird. Die Flüssigkeit wird dann in einer gewogenen Porzellanschale auf dem Wasserbade abgedampft, bis das Gewicht des Rückstandes für je 100 T. des darin enthaltenen Eisens 483 T. beträgt. Der Rückstand ist so oft mit Wasser zu verdünnen und wieder auf 483 T. einzudampfen, bis alle Salpetersäure verjagt ist. Der Rückstand wird in einer bedeckten Schale an einen kühlen trockenen Ort gestellt, bis er vollständig erstarrt ist. (Arzneibuch.)

Vorgang: $\text{Fe} + 2\text{HCl} = \text{FeCl}^2 + \text{H}^2.$



Beschreibung: Gelbe, krystallinische, trockne, an feuchter Luft zerfließende Masse.

Prüfung: Bei Annäherung eines mit Ammoniakflüssigkeit benetzten Glasstabes oder eines mit Jodzinkstärkelösung getränkten Papierstreifens dürfen weder Nebel entstehen, noch darf der Papierstreifen blau gefärbt werden. (Salzsäure, Chlor.) Wird 1 cc der Lösung (1 = 2) mit 3 cc Zinnchlorürlösung versetzt, so darf innerhalb einer Stunde eine Färbung nicht eintreten. (Arsen.) 3 Tropfen der Lösung (1 : 2) mit 10 cc Natriumthiosulfatlösung langsam zum Sieden erhitzt, müssen beim Erkalten einige Flöckchen Eisenhydroxyd absetzen. (Verlangter, geringer Gehalt an Oxychlorid.) In der verdünnten mit Salzsäure angesäuerten Lösung darf Kaliumferricyanidlösung eine blaue Färbung nicht hervorrufen. (Eisenoxydul.) 5 cc der Lösung (1 : 2) mit 20 cc Wasser verdünnt und mit überschüssiger Ammoniakflüssigkeit gemischt, müssen ein farbloses Filtrat geben, welches beim Verdampfen und gelinden Glühen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlässt. (Kupfer, Zink, Alkalien, alk. Erden.) 2 cc dieses Filtrates, mit 2 cc Schwefelsäure gemischt und mit Ferrosulfatlösung überschichtet, dürfen eine braune Zone nicht geben. (Salpetersäure.) Ein anderer Teil des Filtrates darf nach Uebersättigung mit Essigsäure weder durch Baryumnitratlösung, noch durch Kaliumferrocyanidlösung verändert werden. (Schwefelsäure, Metalle.)

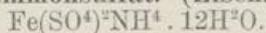
Ferrichlorid — Ammoniumchlorid.

Man löst einerseits 1 Mol. Ferrichlorid, andererseits 2 Mol. Ammoniumchlorid in wenig Wasser, mischt die Lösungen und verdunstet nach Zusatz von etwas Salzsäure zur Krystallisation.

Vorgang: Direkte Verbindung der Componenten.

Beschreibung: Lebhaft morgenrote Krystalle, zerfließlich.

Prüfung auf freie Salzsäure mittelst des mit Ammoniak benetzten Glasstabes.

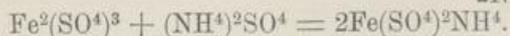
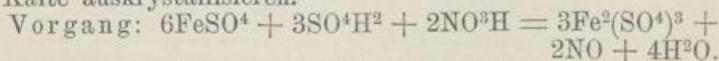
Ferriammonsulfat. (Eisenalaun.)

Man stelle sich zunächst nach der Vorschrift der Pharm. Germ. II eine Ferrisulfatlösung her:

Achtzig Teile Ferrosulfat	80
Vierzig Teile Wasser	40
Fünfzehn Teile Schwefelsäure	15
Achtzehn Teile Salpetersäure (30%!) 18	

werden in einem Glaskolben oder einer Flasche im Wasserbade erhitzt, bis die Flüssigkeit braun und klar geworden ist, und ein Tropfen derselben, mit Wasser verdünnt, durch Kaliumferricyanid nicht mehr blau gefärbt wird. Die Lösung wird alsdann in einer gewogenen Porzellanschale auf 100 Teile abgedampft. Man löst den Rückstand in wenig Wasser auf, verdampft von Neuem und wiederholt das so lange, bis in der heissen Flüssigkeit Salpetersäure durch den Geruch nicht mehr wahrzunehmen ist. Die Flüssigkeit wird endlich auf das Gewicht von 160 Teilen gebracht.

Zu dieser 10% Eisen enthaltenden Ferrisulfatlösung giebt man die Lösung von soviel Ammonsulfat, dass auf 2 At. Fe 1 Mol. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ komm. Man giebt etwas Schwefelsäure zu, konzentriert auf dem Wasserbade und lässt in der Kälte auskrystallisieren.



Beschreibung: Krystallisiert aus saurer Lösung in amethystfarbenen Octaedern. (Fehlt es an freier Säure, so erhält man meist gelbliche, trübe Krystalle.)

Prüfung: Mit Ferricyankalium auf Eisenoxydul!

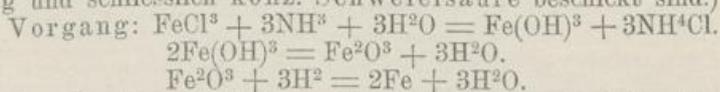
Ferrum reductum.

Man fällt zunächst eine reine, arsenfreie Eisenchloridlösung mit Ammoniak, sammelt das gefällte Eisenhydr-

oxyd, wäscht gut aus und führt es durch gelindes Glühen im Porzellantiegel in Eisenoxyd über.

Dies reine Eisenoxyd wird nun in einer schwerschmelzbaren Glasröhre in fein gepulvertem Zustande in einem Strom von reinem, getrocknetem Wasserstoff erhitzt, so lange noch Wasser weggeht. Dann lässt man im Wasserstoffstrom erkalten, da sonst das pyrophore Eisen unter Verglimmen sich wieder oxydieren würde (zu Eisenoxyduloxyd).

(Den Wasserstoff entwickelt man in bekannter Weise aus möglichst arsenfreiem Zink mittelst verdünnter Schwefelsäure und leitet ihn dann durch Waschflaschen, die mit Wasser, Kaliumpermanganatlösung, Silbernitratlösung und schliesslich konz. Schwefelsäure beschickt sind.)



Beschreibung: Graues, glanzloses Pulver, das beim Erhitzen an der Luft unter Verglimmen in schwarzes Eisenoxyduloxyd übergeht.

Prüfung: 1 g reduziertes Eisen muss sich in einer Mischung von 15 cc Wasser und 10 cc Salzsäure bis auf 0,01 g leicht auflösen. Das hierbei entweichende Gas sei fast geruchlos und verändere einen mit Bleiacetatlösung benetzten Papierstreifen innerhalb 5 Sekunden nicht. (Schwefelwasserstoff.) — Ein Gemisch von 0,2 g reduziertem Eisen und 0,2 g Kaliumchlorat werden in einem geräumigen Reagirrohre mit 2 cc Salzsäure (arsenfrei!) übergossen, und die Mischung, nachdem die Einwirkung beendet ist, bis zur Entfernung des freien Chlors erwärmt. Wird alsdann 1 cc des Filtrates mit 3 cc Zinnchlorürlösung versetzt, so darf innerhalb einer Stunde eine braune Färbung nicht eintreten. (Arsen.)

1 g werde mit 50 cc Wasser und 5 g gepulvertem Quecksilberchlorid im Wasserbade unter häufigem Umschwenken so lange erwärmt, bis dasselbe gelöst ist, die Flüssigkeit nach dem Erkalten mit Wasser bis zu 100 cc aufgefüllt und filtriert. 10 cc des Filtrates werden zunächst mit 10 cc verdünnter Schwefelsäure und hierauf mit Kaliumpermanganatlösung (5 = 1000) bis zu bleibender Rötung versetzt; nach eingetretener Entfärbung, welche nötigenfalls durch Zusatz von einigen Tropfen Weingeist veranlasst werden kann, werde 1 g Kaliumjodid zugegeben und die Mischung bei gewöhnlicher Wärme im geschlossenen Gefässe eine Stunde lang stehen gelassen; es müssen alsdann zur Bindung des ausgeschiedenen Jods mindestens 16 cc der $\frac{1}{10}$ Natriumthiosulfatlösung verbraucht werden. (Bestimmung des metallischen Eisens. Vgl. Massanalyse pag. 103, auch 102). (Arzneibuch.)

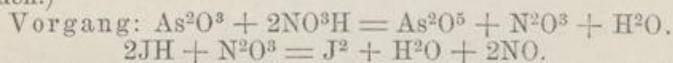
Jod aus Jodrückständen.

a. Man versetzt (nach *Beilstein*) die Lösung mit Soda,

dampft ein und glüht den Rückstand (eventuell bis er nach Schwärzung wieder weiss geworden). Den Glührückstand übersättigt man mit Schwefelsäure und leitet in die eventuell filtrierte Lösung Salpetrigsäureanhydrid ein, das man aus Arsenrioxyd und Salpetersäure entwickelt. (In einem Rundkolben von 500 cc Inhalt übergiesst man in erbsengrosse Stücke zerschlagenes Arsenrioxyd mit roher Salpetersäure und erwärmt mit sehr kleiner Flamme auf dem Drahtnetz.) Man leitet ein, so lange noch Jod ausfällt. Das Jod wird mit kaltem Wasser gewaschen, über Schwefelsäure getrocknet und nach Zusatz von etwas Jodkalium zwischen grossen Uhrgläsern umsublimiert.

b. Hat man Jodrückstände von *Hübl'schen* Bestimmungen (vgl. pag. 131) zu verarbeiten, so trennt man zunächst die Chloroformschicht von der wässerigen Lösung. (Dem Chloroform kann durch Schütteln mit Natriumthiosulfatlösung das Jod entzogen werden; diese Lösung giebt man zum Uebrigen.) Aus der wässerigen Lösung fällt man durch vorsichtigen Zusatz von Schwefelammonium das Quecksilber als Sulfid; das Filtrat wird wie oben weiter behandelt.

(Das Quecksilbersulfid kann in Königswasser gelöst und auf Quecksilberchlorid oder Oxyd verarbeitet werden.)



Beschreibung: Schwarzgraue, metallisch glänzende Blättchen oder Tafeln.

Prüfung: Jod muss sich in der Wärme völlig verflüchtigen. (Feuerbeständige Salze.) Werden 0,5 g zerriebenes Jod mit 20 cc Wasser geschüttelt und filtriert, ein Teil des Filtrates mit $\frac{1}{10}$ Natriumsulfatlösung bis zur Entfärbung, dann mit 1 Körnchen Ferrosulfat, 1 Tropfen Eisenchloridlösung und etwas Natronlauge versetzt und erwärmt, so darf sich die Flüssigkeit, auf Zusatz von überschüssiger Salzsäure, nicht blau färben. (Jodcyan.) Der andere Teil des Filtrates liefere, mit überschüssiger Silbernitratlösung ausgefällt, ein Filtrat, das nach dem Uebersättigen mit Salpetersäure nur eine Trübung, aber keinen Niederschlag gebe. (Chlorjod, auch Bromjod.) Eine Lösung von 0,2 g Jod, mit Hilfe von 1 g Kaliumjodid gelöst, muss zur Bindung des gelösten Jods mindestens 15,6 cc $\frac{1}{10}$ Natriumthiosulfatlösung verbrauchen. (Gehaltsbestimmung.) (Arzneibuch.)

Jodwasserstoff.

JH.

Man leitet in Wasser, in dem gepulvertes Jod enthalten ist, Schwefelwasserstoff ein; es wird unter Abscheidung

von Schwefel Jodwasserstoff gebildet. Damit der ausgeschiedene Schwefel kein Jod einschliesse, trägt man das Jod allmählich ein in dem Masse, als Entfärbung stattfindet; hat sich erst Jodwasserstoff gebildet, so löst sich das nun eingetragene Jod in der Säure auf. Man fährt mit dem Eintragen von Jod fort, bis die Säure die gewünschte Konzentration besitzt. Die Säure wird dann vom Schwefel abgegossen und zur Verjagung des Schwefelwasserstoffes zum Sieden erhitzt.

Will man eine konzentriertere Säure darstellen, so unterwirft man die verdünnte Säure der Destillation; es geht zunächst eine verdünnte Säure über, dann destilliert bei 127° eine Säure von 57% JH.

Vorgang: $J^2 + H^2S = 2JH + S$.

Beschreibung: Farblose oder doch nur schwach gelbliche Flüssigkeit.

Prüfung: Zersetzte, jodhaltige Säure färbt Chloroform beim Schütteln violettrot. — Auf Schwefelsäure prüfe man mit Chlorbaryum.

Jodtrichlorid.

JCl^3 .

Man leite mittelst weiter Rohre einen Strom von trockenem Chlor durch die dünnhalsige *Woulff'sche* Flasche, in welche aus einer senkrecht in deren mittleren Hals eingesetzten kleinen Retorte Jod hineindestilliert wird. Man hat nur Acht zu geben, dass das Chlor stets im Ueberschusse bleibt. (Das entweichende, nicht verbrauchte Chlor leite man in Kalkmilch.) Der Hals der Retorte verstopft sich nicht, weder durch Jod noch durch Trichlorid, da jenes durch Chlor, dieses durch Jod in leichtschmelzendes Monochlorid verwandelt wird. Nach Beendigung der Operation muss das fest an der Wandung haftende, in seiner Zähigkeit dem Salmiak vergleichbare Trichlorid mit einem starken Glas- oder Porzellanspatel losgestossen werden. Die so nicht erreichbaren, im oberen Teile der Flasche sitzenden Krusten erwärmt man vorsichtig von aussen, während der Chlorstrom fort dauert; sie fallen dann auf den Boden und nehmen dort das verlorene Chlor wieder auf. Das Präparat wird in einer gut schliessenden, trockenen Stöpselflasche aufbewahrt.

Vorgang: $J^2 + 3Cl^2 = 2JCl^3$.

Beschreibung: Pomeranzengelbe Krystallnadeln oder Tafeln von durchdringend stechendem Geruch. Fp. circa 25° .

Prüfung: 10 cc einer wässerigen Lösung (1:100) sollen durch wenige Tropfen Stärkelösung nicht sofort gebläut werden. — Werden 0,05 g Jodtrichlorid und 2 g Kaliumjodid in 10 cc Wasser gelöst, so sollen zur Bindung des ausgeschiedenen Jodes mindestens 8 cc $\frac{1}{10}$ Natriumthiosulfatlösung verbraucht werden. — Jodtrichlorid soll beim Erhitzen einen Rückstand nicht hinterlassen.

Kalilauge.

40 g reiner Aetzkalk werden mit wenig Wasser gelöscht, das feine Pulver mit 200 g Wasser angerührt und diese Kalkmilch in kleinen Mengen in eine kochende Lösung von 60 g Kaliumcarbonat in 600 g Wasser, die sich in einem blanken Eisenkessel befindet, eingetragen. Das Gemisch wird solange gekocht, bis durch Salzsäure in einer abfiltrierten Probe kein Aufbrausen mehr bewirkt wird. (Etwa 10 Min.) Nach dem Absetzen in verschlossenem Gefäße wird die klare Flüssigkeit abgehebert, der Rückstand nochmals mit etwas Wasser ausgekocht und die Lauge dann möglichst rasch auf freiem Feuer bis zum spez. Gew. 1,13 = 15% KOH eingedampft.

Vorgang: $K_2CO_3 + Ca(OH)_2 = 2KOH + CaCO_3$.

Beschreibung: Klare, farblose oder schwach gelbliche Flüssigkeit.

Prüfung: Kalilauge muss, mit 4 Raumteilen Kalkwasser gekocht, ein Filtrat liefern, welches in überschüssige Salpetersäure gegossen, nicht aufbraust. (Prüfung auf zu hohen Kohlensäuregehalt.) Mit 5 T. Wasser verdünnte Kalilauge darf, mit Salpetersäure übersättigt, weder durch Baryumnitrat-, noch durch Silbernitratlösung mehr als opalisierend getrübt werden. (Schwefelsäure, Salzsäure.) 2 cc der mit verdünnter Schwefelsäure gesättigten Kalilauge dürfen, mit 2 cc Schwefelsäure gemischt, dann mit 1 cc Ferrosulfatlösung überschichtet, eine gefärbte Zone nicht zeigen. (Salpetersäure.) Kalilauge darf, mit Salzsäure übersättigt, durch überschüssige Ammoniakflüssigkeit nicht mehr als opalisierend getrübt werden. (Thonerde, Kieselsäure.)

Kaliumbicarbonat.

$KHCO_3$.

In eine gesättigte Lösung von neutralem Kaliumcarbonat (1:1) wird Kohlensäure längere Zeit eingeleitet, bis Magnesiumsulfat sofort keine Fällung mehr giebt. Während des Einleitens der Kohlensäure findet schon die Ausscheidung von Krystallen des Bicarbonates statt, welche durch Abkühlen oder vorsichtiges Eindampfen bei niedriger Temperatur begünstigt wird.

Vorgang: $K_2CO_3 + CO_2 + H_2O = 2KHCO_3$.

Beschreibung: Farblose, durchscheinende, völlig trockene Krystalle.

Prüfung: Die wässrige Lösung (1:20), mit Essigsäure übersättigt, darf weder durch Baryumnitratlösung, noch durch Schwefelwasserstoffwasser verändert werden und, nach Zusatz von Salpetersäure, durch Silbernitratlösung nicht mehr als opalisierend getrübt werden. (Schwefelsäure,

Metalle, Salzsäure.) 20 cc der vorgenannten wässerigen Lösung, mit Salzsäure übersättigt, dürfen durch 0.5 cc Kaliumferrocyanidlösung nicht verändert werden. (Eisen.) Die unter sanftem Umschwenken bewirkte Lösung von 1 g Kaliumbicarbonat in 20 cc Wasser darf bei Zusatz von 3 Tropfen Phenolphthaleinlösung nicht sofort gerötet werden. (Zu hoher Gehalt an Monocarbonat.) — Bestimmung des Glührückstandes (69%) und der Kohlensäure (44%).

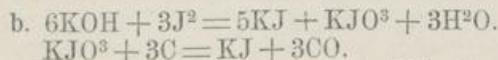
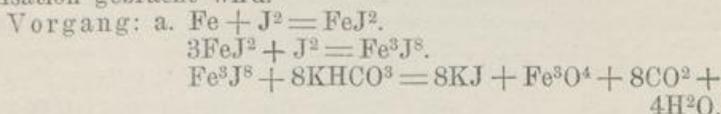
Kaliumjodid.

KJ.

- a. 40 g Jod.
10 g Eisenfeile.
35 g Kaliumbicarbonat.
300 cc Wasser.

10 g Eisenfeile werden in einem Glaskolben mit 135 cc Wasser übergossen, allmählich 30 g Jod eingetragen und gelinde erwärmt. Die gebildete Eisenjodurlösung wird vom ungelösten Eisen abfiltriert und dem Filtrat der Rest des Jodes zugesetzt. Die Eisenjodürjodidlösung wird in dünnem Strahle in eine siedende Lösung des Kaliumbicarbonates in 115 cc Wasser filtriert und hierauf samt Niederschlag bis fast zur Trockne verdampft. Der Verdampfungsrückstand wird sodann in kaltem Wasser aufgenommen, filtriert und das erhaltene Filtrat zur Krystallisation gebracht.

b. In eine beliebige Menge einer 30—40%igen chlorfreien Kalilauge wird bei gelinder Wärme Jod bis zur bleibenden Gelbfärbung eingetragen. Diese Flüssigkeit wird mit gut ausgewaschenem Kohlenpulver ($\frac{1}{10}$ der Jodmenge) versetzt, zur Trockne gebracht und hierauf schwach in einem Eisen- oder Porzellantiegel geglüht. Dem Rückstande entzieht kaltes Wasser das Kaliumjodid, das durch Verdunsten der Lösung zur Krystallisation gebracht wird.



Beschreibung: Weisse, würfelförmige Krystalle.

Prüfung: Die wässerige Lösung (1 = 20) darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser, noch durch Baryumnitratlösung verändert werden, noch sich, mit 1 Körnchen Ferrosulfat und 1 Tropfen Eisenchloridlösung nach Zusatz von Natronlauge erwärmt, beim Uebersättigen mit Salzsäure blau färben. (Metalle, Schwefelsäure, Cyan.) Die mit ausgekochtem und wieder erkaltetem Wasser frisch bereitete Lösung (1 = 20) darf bei alsbaldigem Zusatz von Stärkelö-

sung und verdünnter Schwefelsäure sich nicht sofort blau färben. (Jodsäure.) 20 cc der wässrigen Lösung (1=20) dürfen durch 0,5 cc Kaliumferrocyanidlösung nicht verändert werden. (Eisen etc.) Erwärmt man 1 g des Salzes mit 5 cc Natronlauge, sowie mit je 0,5 g Zinkfeile und Eisenpulver, so darf sich Ammoniakgeruch nicht entwickeln. (Salpetersäure.) Wenn man 0,2 g Kaliumjodid in 2 cc Ammoniakflüssigkeit löst und mit 13 cc $\frac{1}{10}$ Silberlösung unter Umschütteln vermischt, dann filtriert, so darf das Filtrat, nach Uebersättigung mit Salpetersäure, innerhalb 10 Min. weder bis zur Undurchsichtigkeit getrübt, noch dunkel gefärbt erscheinen. (Chlor, Brom, unterschweflige Säure.)

Kaliumbromid.

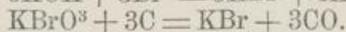
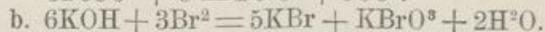
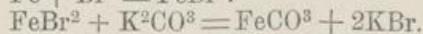
KBr.

- a. 20 g Brom.
10 g Eisenfeile.
100 cc Wasser.

10 g Eisenfeile werden in einem Glaskolben mit 100 cc Wasser übergossen und dann 20 g Brom allmählich zugefügt, indem man jedesmal die Entfärbung der braunen Lösung abwartet. Zu der so erhaltenen Eisenbromürlösung giebt man, ohne vom überschüssigen Eisen abzufiltrieren, unter Erhitzen zum Sieden soviel Kaliumcarbonatlösung, dass schliesslich die Flüssigkeit alkalisch reagiert (ca. 18 g K^2CO^3 in 180 cc Wasser gelöst). Nun kocht man noch einige Zeit, bis unter Entweichen von Kohlensäure das Ferrocyanat in Eisenoxyduloxyd übergegangen, filtriert ab, wäscht mit heissem Wasser nach und bringt das Filtrat durch Abdampfen zur Krystallisation. Die Mutterlauge der ersten Krystallisation neutralisire man mit etwas Bromwasserstoff und konzentriere nochmals.

b) In eine beliebige Menge einer 30—40%igen Lösung von chlorfreier Kalilauge gebe man unter Umrühren Brom in kleinen Mengen bis zur bleibenden Gelbfärbung. Diese Flüssigkeit wird mit gut ausgewaschenem Kohlenpulver ($\frac{1}{10}$ der Brommenge) versetzt, zur Trockne gebracht und hierauf schwach in einem Eisen- oder Porzellantiegel geglüht. Dem Rückstande entzieht kaltes Wasser das Kaliumbromid, das durch Verdunsten der Lösung zur Krystallisation gebracht wird.

Vorgang: a. $Fe + Br^2 = FeBr^2$.

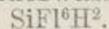


Beschreibung: Weisse, würfelförmige, glänzende Krystalle.

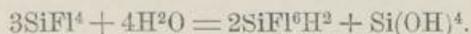
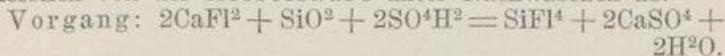
Prüfung: Am Platindrahte erhitzt, muss das Salz die

Flamme von Beginn an violett färben. (Natriumsalz.) Zerriebenes Kaliumbromid, auf weissem Porzellan ausgebreitet, darf sich auf Zusatz weniger Tropfen verdünnter Schwefelsäure nicht sofort gelb färben und darf, auf feuchtes Lackmuspapier gebracht, das letztere nicht sofort violett färben. (Kaliumbromat, -carbonat.) Die wässrige Lösung (1 = 20) darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser, noch durch Baryumnitratlösung verändert werden. (Metalle, Schwefelsäure.) 5 cc dieser wässrigen Lösung mit 1 Tropfen Eisenchloridlösung vermischt und alsdann mit Stärkelösung versetzt, dürfen letztere nicht färben. (Jodkalium.) 20 cc derselben wässrigen Lösung dürfen durch 0,5 cc Kaliumferrocyanidlösung nicht verändert werden. (Eisen, etc.) 10 cc einer wässrigen Lösung (3 g = 100 cc) des bei 100° getrockneten Salzes dürfen, nach Zusatz einiger Tropfen Kaliumchromatlösung, nicht mehr als 25,4 cc $\frac{1}{10}$ Silberlösung bis zur bleibenden Rötung verbrauchen. (Prüfung auf zu hohen Gehalt an Chlorkalium.)

Kieselfluorwasserstoff.

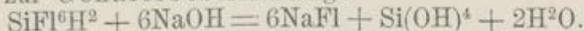


Man mengt 50 g gepulverten Flussspath mit der gleichen Menge trockenen Seesandes, giebt in einen Kolben und erwärmt dort gelinde mit 150—200 cc konz. Schwefelsäure. Das entstandene Fluorsilicium leitet man durch ein nicht zu enges Rohr in ein 200 cc haltendes Becherglas, auf dessen Boden sich eine Schicht Quecksilber befindet; das Einleitungsrohr tauche ins Quecksilber ein. Es entsteht unter Abscheidung von Kieselsäure Kieselfluorwasserstoff. Man filtriert schliesslich von der Kieselsäure unter Nachwaschen ab.



Beschreibung: Klare, farblose Flüssigkeit.

Prüfung: Chlorstrontiumlösung darf keinen Niederschlag geben. (Schwefelsäure.) — Titration mit Natronlauge zur Gehaltsbestimmung:



Kupferchlorür.



a. Man kocht 15 g krystallisiertes Kupfersulfat, 15 g Kupfer (Feil- oder Drehspähne), 30 g Chlorammonium und 150 cc Wasser solange am Rückflusskühler, bis alles Kupfer gelöst ist, filtriert die farblos gewordene Lösung in 300 cc Wasser, dem 2% Essigsäure zugesetzt sind, und lässt in verschlossenem Gefäss zum Erkalten stehen. Die nach einiger

Zeit ausgeschiedenen Krystalle werden mit Alkohol und Aether abgewaschen und im Vacuum über Schwefelsäure getrocknet.

b. 75 g Kupferchlorid (s. u.) und 60 g Kupfer werden mit 200 cc heissem Wasser und 400 cc roher Salzsäure versetzt und in einem bedeckten Kolben gekocht bis zur Entfärbung der über dem überschüssigen Kupfer stehenden Lösung. Diese Lösung von Kupferchlorür in Salzsäure wird in einen hohen, mit kaltem Wasser gefüllten Cylinder gegossen, das gefällte Chlorür durch Dekantieren von der Lösung rasch befreit, abgesaugt, mit Alkohol und Aether gewaschen und im Vacuum über Schwefelsäure getrocknet.

Vorgang: a. $\text{CuSO}_4 + 2\text{NH}_4\text{Cl} + \text{Cu} = 2\text{CuCl} + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

b. $\text{CuCl}_2 + \text{Cu} = 2\text{CuCl}$.

Beschreibung: Weisses krystallinisches Pulver (a) oder weisse käsigte Masse (b), an der Luft durch Oxydation rasch sich grün färbend.

Prüfung: a. Darf mit Kalilauge kein Ammoniak entwickeln.

b. Soll keine freie Salzsäure enthalten, d. h. es soll eine Probe beim Annähern eines mit Ammoniak befeuchteten Glasstabes keine Nebel bilden.

Kupferchlorid.

$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Man löst Kupferoxyd (50 g) in Salzsäure (200 g) oder Kupfer (50 g) in einem Gemisch von Salzsäure (250 g) und Salpetersäure (135 g) und dampft bis zur Bildung einer Salzhaut ab. Die beim Erkalten sich bildenden Krystalle sammelt man auf dem Filter, lässt abtropfen und trocknet auf Thonplatten.

Vorgang: $\text{CuO} + 2\text{HCl} = \text{CuCl}_2 + \text{H}_2\text{O}$.

$3\text{Cu} + 6\text{HCl} + 2\text{NO}_3\text{H} = 3\text{CuCl}_2 + 2\text{NO} + 4\text{H}_2\text{O}$.

Beschreibung: Grüne, prismatische Krystalle, an feuchter Luft zerfliessend.

Prüfung: Auf freie Salzsäure zu prüfen durch Annähern des mit Ammoniak befeuchteten Glasstabes an eine Probe des Salzes.

Kupferoxydul.

Cu_2O .

a. Man giebt zur Lösung von 100 g Kupfersulfat soviel Traubenzucker, dass beim Zusatz von Kalilauge kein Niederschlag bleibt, und erwärmt bis zur Entfärbung der Lösung. Das ausgeschiedene Kupferoxydul wird zuerst durch Dekantation, dann auf dem Filter ausgewaschen.

b. 100 g Kupfersulfat, 150 g Seignettesalz, 250 g Rohrzucker werden in 1200 g Wasser gelöst, dann werden 150 g Natriumhydroxyd zugesetzt und die Lösung bis zur

Entfärbung gekocht. Der Niederschlag wird durch Dekantation und schliesslich auf dem Filter gewaschen.

Vorgang: Kupferoxyd wird durch den Zucker reduziert zu Oxydul.

Beschreibung: Rotes krystallinisches Pulver.

Prüfung: Soll nach dem Befeuchten mit Wasser rotes Lackmuspapier nicht bläuen.

Kupferoxyd.

CuO .

a. Man löst Kupfer in Salpetersäure, bringt das entstandene Nitrat, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, zur Trockne, erhitzt im Porzellantiegel zur Austreibung des Krystallwassers und zersetzt dann durch Glühen, bis keine sauern Dämpfe mehr entweichen.

b. Kupfervitriol löse man in Wasser, fälle mit Natronlauge daraus Kupferhydroxyd, das beim Erwärmen unter Wasserabgabe schwarz wird und sich absetzt. (Natronlauge muss schliesslich, zur Vermeidung der Bildung basischer Sulfate, im Ueberschuss vorhanden sein.) Den Niederschlag wäscht durch wiederholtes Dekantieren (unter jedesmaligem Erwärmen) mit Wasser aus, bis das abgegossene Wasser keine Schwefelsäurereaktion mehr giebt. Man sammelt den Niederschlag auf einem mit Glaswolle versehenen Trichter, bringt in einen Tiegel und glüht ihn zur Austreibung des Restes an Wasser gelinde.

Vorgang: a. $3\text{Cu} + 8\text{NO}^3\text{H} = 3\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 + 2\text{NO} + 4\text{H}_2\text{O}$.

$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 = \text{CuO} + 2\text{NO}_2 + \text{O}$.

b. $\text{CuSO}_4 + 2\text{NaOH} = \text{Cu}(\text{OH})_2 + \text{Na}_2\text{SO}_4$.

$3\text{Cu}(\text{OH})_2 = 3\text{CuO} \cdot \text{H}_2\text{O} + 2\text{H}_2\text{O}$.

$3\text{CuO} \cdot \text{H}_2\text{O} = 3\text{CuO} + \text{H}_2\text{O}$.

Prüfung: Darf nach dem Befeuchten rotes Lackmuspapier nicht bläuen. (Alkali.) Darf in Salzsäure gelöst mit Chlorbaryum keine Fällung geben (Schwefelsäure bei b!), resp. in verdünnter Schwefelsäure gelöst, mit Ferrosulfatlösung und konzentr. Schwefelsäure keine braune Zone entstehen lassen (Salpetersäure bei a!).

Kupfersulfat.

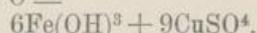
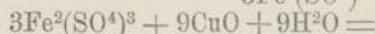
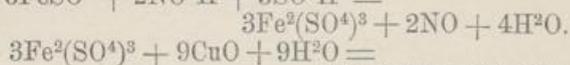
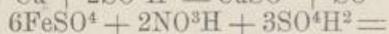
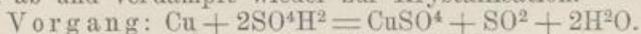
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

50 g Kupferspähne.

165 g konz. Schwefelsäure.

Man löst das Kupfer durch Erwärmen mit der konz. Schwefelsäure in einem Glaskolben; die auftretende schweflige Säure benutzt man zur Darstellung von schwefliger Säure oder Natriumthiosulfat (s. sp.). Den Rückstand im Kolben extrahiere man mit heissem Wasser und verdampfe die Lösung zur Krystallisation.

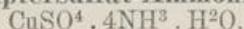
Sind die erhaltenen Kupfervitriolkrystalle eisenhaltig, so löse man sie in Wasser, erwärme mit etwas Salpetersäure zur Oxydation des Ferrosulfates, fälle aus $\frac{1}{10}$ der Lösung Kupferoxyd (s. o.), gebe dies nach dem Auswaschen zur Hauptmasse zurück und erhitze zum Sieden. Vom ungelösten Kupferoxyd und gefällten Eisenhydroxyd filtriert man ab und verdampft wieder zur Krystallisation.



Beschreibung: Blaue, durchsichtige Krystalle.

Prüfung: Soll, in Wasser gelöst, auf Zusatz von Ammoniak eine klare, tiefblaue Flüssigkeit liefern. (Eisen.) Wird das Kupfer aus einer wässrigen Lösung durch Schwefelwasserstoffwasser gefällt, so darf das farblose Filtrat nach Zusatz von Ammoniakflüssigkeit nicht gefärbt werden und nach dem Abdampfen einen feuerbeständigen Rückstand nicht hinterlassen. (Metalle, alkal. Erden und Alkalien.) Arzneibuch. — Hiezu würde noch eventuell die Prüfung auf Salpetersäure kommen.

Kupfersulfat-Ammoniak.



Der durch Umschütteln bewirkten, filtrierten Lösung von
1 T. Cuprum sulfuricum purum
3 T. Liquor Ammonii caustici

werden

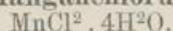
6 T. Spiritus

zugesetzt, der dadurch entstandene Niederschlag im Filter gesammelt und zwischen Fliesspapier ohne Anwendung von Wärme getrocknet. (Ph. Germ. I.). (Ueberschichtet man die ammoniakalische Lösung mit starkem Alkohol, so erhält man das Salz in grösseren Krystallen.)

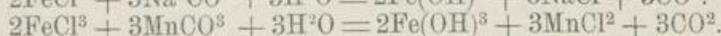
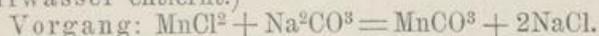
Vorgang: Beim Zusatz von Ammoniak zur Kupfervitriollösung entsteht zuerst ein Niederschlag von basischem Sulfat, der sich dann zu $\text{CuSO}^4 \cdot 4\text{NH}^3$ wieder löst; dies wird durch den Alkohol gefällt.

Beschreibung: Dunkelblaues, krystallinisches, an der Luft verwitterndes Pulver.

Prüfung: Da die konzentrierte Lösung des Salzes so dunkel gefärbt ist, dass man etwa darin suspendiertes Eisenoxyd leicht übersehen kann, so lässt man sie ein kleines weisses Filter passieren, auf welchem vorhandenes Eisenoxyd mit brauner Farbe zurückbleibt. Zink findet man nach Ausfällung des Kupfers aus der angesäuerten Lösung im Filtrat. (Hirsch.)

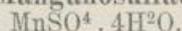
Manganchlorür.

Die bei der Chlordarstellung aus Braunstein und Salzsäure erhaltene eisenchloridhaltige Lauge wird in einer Porzellanschale zur Trockne verdampft zur Verjagung von Chlor und freier Salzsäure. Der Rückstand wird einige Zeit auf dem Gasofen mit kleiner Flamme erhitzt. Nach dem Erkalten kocht man wiederholt mit Wasser aus und fällt $\frac{1}{10}$ der vereinigten Filtrate mit überschüssiger Sodalösung. Der Niederschlag (Mangancarbonat mit Eisenhydroxyd) wird durch Dekantieren mit Wasser ausgewaschen, bis Chlor-natrium und überschüssiges Natriumcarbonat entfernt sind, dann zur Hauptmenge des Filtrates zugegeben und so lange damit in der Wärme digeriert, bis eine abfiltrierte Probe mit Schwefelammonium einen fleischroten, in verdünnter Essig-säure völlig löslichen Niederschlag giebt. Dann wird filtriert und zur Krystallisation verdampft. (Ist in der Lauge Kupfer oder Blei enthalten, so wird dies durch Schwefelwasser-stoffwasser entfernt.)



Beschreibung: Rötliche, monokline Tafeln, zerfliesslich.

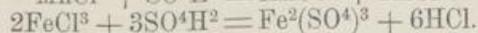
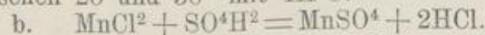
Prüfung: Auf Eisen u. s. w., wie bei Manganosulfat.

Manganosulfat.

a. Aus der in obiger Weise gereinigten Manganchlorür-lösung fällt man durch Soda Mangancarbonat, löst dies, nach völligem Auswaschen, in verdünnter Schwefelsäure, konzentriert die Lösung und lässt krystallisieren.

b. 100 bis 200 g der von der Chlorbereitung aus Braunstein und Salzsäure herrührenden Lauge werden unter Zusatz von überschüssiger Schwefelsäure auf freiem Feuer zur Trockne verdampft und der Rückstand so lange schwach gegläht, bis in einer herausgenommenen Probe kein Eisen mehr nachzuweisen ist. Dann wird die erkaltete Masse mit Wasser ausgelaugt, abfiltriert und zur Krystallisation ver-dampft.

Vorgang: a. $\text{MnCO}^3 + \text{SO}^4\text{H}^2 = \text{MnSO}^4 + \text{CO}^2 + \text{H}^2\text{O}.$
Manganosulfat krystallisiert bei gewöhnlicher Temperatur mit $4\text{H}^2\text{O}$, unter 6° mit $7\text{H}^2\text{O}$, zwischen 7 und 20° mit $5\text{H}^2\text{O}$, zwischen 20 und 30° mit $4\text{H}^2\text{O}$.



Bei gelindem Glühen wird zwar das Ferrisulfat, aber

nicht das Mangansulfat zersetzt. (Abgabe von Schwefelsäure!)

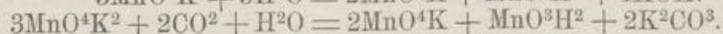
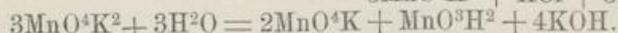
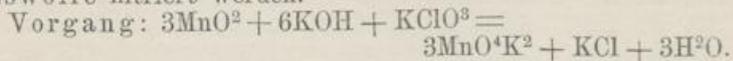
Beschreibung: Blassrötliche, rhombische Prismen.

Prüfung: Die wässrige Lösung (1 = 20) soll weder durch Schwefelwasserstoffwasser verändert, noch durch Kaliumferrocyanidlösung blau gefällt werden. (Metalle, Eisen.) — Wird aus ihr durch überschüssige Ammoniumcarbonatlösung das Mangan ausgefällt, so soll das Filtrat nach dem Abdampfen einen feuerbeständigen Rückstand nicht hinterlassen. (Sulfate der Alkalien, Zinksulfat etc. etc.) — Eine Lösung von 1 g Mangansulfat und 1 g Natriumacetat in 20 cc Wasser darf nach Zusatz einiger Tropfen Essigsäure durch Schwefelwasserstoffwasser nicht getrübt werden. (Zink.) 100 T. Mangansulfat sollen bei gelindem Glühen 66,5—67,8 Teile Rückstand hinterlassen. (Prüfung auf richtigen Wassergehalt; ber. 67,2%) (Arzneimittel.)

Kaliumpermanganat.

MnO^4K .

50 g Kalilauge von 1,33—1,334 spez. Gewicht (= 33% KOH) werden bis auf ein Drittel in einer eisernen Schale eingedampft, in diese Lauge eine Mischung von 15 g Braunerstein und 14 g Kaliumchlorat (beide zuvor, jedes für sich, fein pulverisiert) eingetragen und hierauf bis zur staubigen Trockne gebracht. Diese Masse wird dann in einem hessischen Tiegel im breiartigen Schmelzzustande (nicht vollkommen flüssig) erhalten, bis sich eine Probe in Wasser fast vollständig mit grüner Farbe löst. Die gesamte Schmelze wird hierauf nach dem Erkalten in der doppelten Menge heißen Wassers gelöst, die grüne Lösung durch Absitzenlassen im Cylinder geklärt, worauf der Uebergang des Manganates in Permanganat durch Einleiten von Kohlensäure unterstützt wird, was an dem Auftreten der violetten Färbung leicht zu erkennen. Die violette Lösung, welche noch Mangansuperoxydhydrat suspendiert enthält, wird durch längeres Stehenlassen geklärt, hierauf bei möglichster Vermeidung von Staub und dergl. durch Verdunsten zur Krystallisation gebracht. Ist Filtration der Lösungen nötig, so darf nur durch Asbest oder Glaswolle filtriert werden.



Beschreibung: Dunkelviolette, fast schwarze Prismen mit stahlblauem Glanz.

Prüfung: Das Salz sei trocken; 0,5 g desselben müssen mit 2 cc Weingeist und 25 cc Wasser zum Sieden erhitzt, ein farbloses Filtrat liefern, welches, nach dem Ansäuern mit

Salpetersäure, weder durch Baryumnitrat-, noch durch Silbernitratlösung mehr als opalisierend getrübt wird. (Sulfate, Chloride.) Wird einer Lösung von 0,5 g des Salzes in 5 cc heissem Wasser allmählich Oxalsäure bis zur Entfärbung zugesetzt, so darf eine Mischung von 2 cc des klaren Filtrates mit 2 cc Schwefelsäure beim Ueberschichten mit 1 cc Ferrosulfatlösung eine gefärbte Zone nicht zeigen. (Nitrate.) (Arzneibuch.)

Molybdäns. Ammonium (aus Rückständen).
 $\text{Mo}^7\text{O}^{24}(\text{NH}^4)^6 \cdot 4\text{H}^2\text{O}$.

Die sauren Molybdänrückstände werden (nach *Wagner*) in einer etwa 10 l fassenden Flasche (A), die ammoniakalischen Filtrate in einer eben solchen (B) angesammelt. Sind die Flaschen gefüllt, so wird ein an einem zugigen Orte aufgestellter Windofen geheizt und ein kleiner Kessel mit Wasser, der eine etwa 5 l fassende Porzellanschale trägt, darauf gesetzt. Der Inhalt der Flasche A wird klar abgehert, in die Porzellanschale gegossen und bis auf etwa $1\frac{1}{2}$ l abgedampft. Fast der ganze Molybdänsäuregehalt der Flüssigkeit hat sich jetzt in Form einer festen, der Porzellanschale anhaftenden Kruste abgeschieden. Man lässt die Porzellanschale erkalten, beseitigt die Mutterlauge, spült die Molybdänsäurekruste mit etwas Wasser ab, das man in die Flasche zurückgiesst, und fügt nun die aus Flasche B inzwischen abgeheberte ammoniakalische Flüssigkeit hinzu, in welcher sich die Molybdänsäurekruste alsbald auflöst. Man lässt abdampfen, bis schliesslich sämtliche Flüssigkeit B in die Schale gebracht und auf etwa $1\frac{1}{2}$ l eingeengt worden ist; man filtriert heiss durch ein Faltenfilter in eine andere Schale und lässt einige Tage kalt stehen.

Die Mutterlauge trennt man jetzt von dem auskrystallisierten molybdäns. Ammoniak, spült die Krystalle mit etwas Wasser ab, das man zur Mutterlauge fügt, reinigt das Salz durch Umkrystallisieren und kann es dann zur Bereitung von Molybdänsäurelösung verwenden.

Die Mutterlauge engt man bis auf etwa $\frac{1}{2}$ l ein, lässt auskrystallisieren, giesst die zweite Mutterlauge fort, lässt die ausgeschiedene Krystallmasse trocknen und löst sie bei der nächsten Verarbeitung der Molybdänrückstände in der Krystallisationslauge wieder auf.

Beschreibung: Grosse, häufig gestreifte Prismen; luftbeständig.

Natriumnitrit.
 NaN^2O .

10 g Natriumnitrat werden geschmolzen und 20 g me-

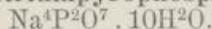
tallisches Blei in Form feiner Schnitzel allmählich eingetragen. Das Erhitzen wird unter fortwährendem Umrühren fortgesetzt, bis alles Blei oxydiert ist. Die erkaltete Masse wird mit Wasser ausgekocht, das Filtrat durch Einleiten von Kohlensäure von Blei befreit, vom Bleicarbonat abfiltriert und die Lösung stark eingeeengt, worauf beim Abkühlen das unzersetzte Natriumnitrat auskrystallisiert. Die von den Krystallen befreite Mutterlange wird zur Trockne verdampft, der Rückstand geschmolzen und auf eine Steinplatte gegossen.

Vorgang: $\text{NaNO}_3 + \text{Pb} = \text{NaNO}_2 + \text{PbO}$.

Beschreibung: Weisse Platten, in Wasser sehr leicht löslich, an trockener Luft beständig.

Prüfung: Man prüfe auf Blei mit Schwefelammonium. — Zur Prüfung auf Nitrat wäre der Gehalt an salpetriger Säure und Salpetersäure zu bestimmen.

Natriumpyrophosphat.



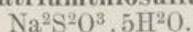
Man erhitze etwa 25 g Natriumphosphat, nachdem man sie bei niedrigerer Temperatur vom Krystallwasser befreit hat, zur gelinden Rotglut, bis die wässrige Lösung einer herausgenommenen Probe durch Silbernitrat nicht mehr gelb, sondern rein weiss gefällt wird. Hierauf wird in Wasser gelöst und zur Krystallisation eingedampft.

Vorgang: $2\text{PO}_4\text{HNa}^2 = \text{P}_2\text{O}_7\text{Na}^4 + \text{H}_2\text{O}$.

Beschreibung: Farblose, durchscheinende säulenförmige Krystalle.

Prüfung: Durch ein Kobaltglas betrachtet, darf die durch das Salz gelb gefärbte Flamme höchstens ganz vorübergehend rot gefärbt erscheinen. (Kali.) Wird 1 g zerriebenes Natriumpyrophosphat mit 3 cc Zinnchlorürlösung geschüttelt, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung nicht eintreten. (Arsen.) Die wässrige Lösung (1 = 20) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; mit Salpetersäure angesäuert, darf sie nicht aufbrausen und alsdann durch Baryumnitrat- oder Silbernitratlösung nach 3 Minuten nicht mehr als opalisierend getrübt werden. (Metalle, Carbonate, Sulfate, Chloride.) (Arzneimittel.) — Die wässrige Lösung muss durch Silbernitrat rein weiss gefällt werden; gelbe Färbung des Niederschlages würde Orthophosphat zu erkennen geben.

Natriumthiosulfat.



Eine Lösung von neutralem Natriumsulfit (s. sp.) wird mit überschüssigem Schwefel längere Zeit gekocht, vom

ungelösten Schwefel abfiltriert und das Filtrat zur Krystallisation eingedampft.

Vorgang: $\text{Na}^2\text{SO}^3 + \text{S} = \text{Na}^2\text{S}^2\text{O}^3$.

Beschreibung: Farblose, wohlausgebildete Prismen.

Prüfung: Die Lösung muss mit Silbernitrat rein weissen Niederschlag geben (Sulfid) und darf durch Baryumchlorid nicht getrübt werden (Sulfat).

Phosphorsäure.

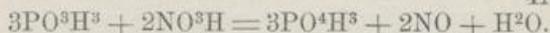


20 g Phosphor.

250 g Salpetersäure, 1,2 spez. Gew.

Man giebt die Salpetersäure in eine im Sandbad stehende Glasretorte mit Vorlage; in die mässig erwärmte Salpetersäure trägt man den unter Wasser in kleine Stückchen zerschnittenen Phosphor ganz allmählich durch den Tubus der Retorte ein. (Vorsicht!) Hat sich der Phosphor gelöst, so wird die Lösung zur Entfernung der überschüssigen Salpetersäure und zur Oxydation der phosphorigen Säure eingedampft. (Man prüfe nun eine Probe, ob sie noch phosphorige Säure enthält; ist dies der Fall, so gebe man nochmals etwas Salpetersäure zu und dampfe aufs neue ein.) Man verdünne dann die Lösung mit viel Wasser, sättige die siedende Lösung (zur Entfernung von Arsen) mit Schwefelwasserstoff und lasse 2 Tage stehen. Nun filtriere man ab, erhitze zur Verjagung des Schwefelwasserstoffs, konzentriere und bringe auf das spezifische Gew. 1,154.

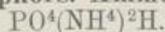
Vorgang: $3\text{P} + 5\text{NO}^3\text{H} + 2\text{H}^2\text{O} = 2\text{PO}^4\text{H}^3 + \text{PO}^3\text{H}^3 + 4\text{NO} + \text{NO}^2$,



Beschreibung: Klare, farb- und geruchlose Flüssigkeit.

Prüfung: Wird 1 cc Phosphorsäure mit 3 cc Zinnchlorürlösung vermischt, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung nicht eintreten. (Arsen.) Phosphorsäure darf sich mit Silbernitrat weder in der Kälte, noch beim Erwärmen verändern. (Salzsäure; phosphorige Säure: dunkle Färbung beim Erwärmen!) Mit Schwefelwasserstoff werde sie ebenfalls nicht verändert und, mit 3 Raumteilen Wasser verdünnt, durch Baryumnitratlösung nicht getrübt. (Metalle, Schwefelsäure.) 2 cc der Säure mit 2 cc Schwefelsäure vermischt, dürfen nach dem Ueberschichten mit 1 cc Ferrosulfatlösung keine gefärbte Zone zeigen. (Salpetersäure.) — Gehaltsprüfung durch Kontrollierung des spez. Gewichtes.

Phosphors. Ammonium.



Man setzt zu der Lösung der Phosphorsäure Ammoniak

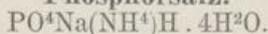
bis zu schwach alkalischer Reaktion und dampft zur Krystallisation ab, wobei von Zeit zu Zeit etwas Ammoniak zuzufügen ist.

Vorgang: $\text{PO}^4\text{H}^3 + 2\text{NH}^3 = \text{PO}^4(\text{NH}^4)^2\text{H}$.

Beschreibung: Farblose, durchscheinende, säulenförmige Krystalle.

Prüfung: Wird 1 g zerriebenes Salz mit 3 cc Zinnchlorürlösung geschüttelt, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung nicht eintreten. (Arsen.) Die wässrige Lösung (1 = 20) darf blaues Lackmuspapier nicht röten, durch Schwefelwasserstoffwasser, auch nach Zusatz von Ammoniakflüssigkeit, nicht verändert werden, beim Ansäuern mit Salpetersäure nicht aufbrausen und alsdann durch Baryumnitrat- oder Silbernitratlösung innerhalb 3 Min. nicht mehr als opalisierend getrübt werden. (Saures Phosphat; Metalle; Carbonat, Sulfat, Chlorid.) (Arzneimittel.)

Phosphorsalz.



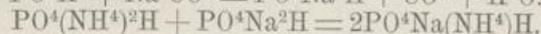
20 g Phosphorsäure, 1,6 spez. Gew.

22,5 g kryst. Natriumcarbonat.

30 g Ammoniak, spez. Gew. 0,96.

Die Phosphorsäure wird in 2 Hälften geteilt, die eine Hälfte mit Natriumcarbonat, die andere Hälfte mit Ammoniak gesättigt und beide Lösungen gemischt. Diese Mischung wird zur Krystallisation gebracht.

Vorgang: $\text{PO}^4\text{H}^3 + 2\text{NH}^3 = \text{PO}^4(\text{NH}^4)^2\text{H}$.



Beschreibung: Farblose, monokline Krystalle.

Prüfung: Aehnlich wie Natriumphosphat zu prüfen!

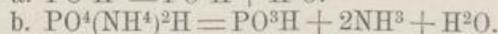
Metaphosphorsäure (Glasige Phosphorsäure).



a. Man dampft Phosphorsäure in einer Platinschale ein und erhitzt allmählich bis zur schwachen Rotglut; die flüssige, geschmolzene Masse erstarrt beim Erkalten zum Glase. (Ausgiessen!)

b. Man erhitzt Ammoniumphosphat bis zur gelinden Rotglut.

Vorgang: a. $\text{PO}^4\text{H}^3 = \text{PO}^3\text{H} + \text{H}^2\text{O}$.

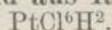


Beschreibung: Farblose, durchsichtige, glasartige Stücke.

Prüfung: Giebt in Lösung (1 = 20) mit Silbernitrat weissen Niederschlag; mit Eiweisslösung giebt sie weissen gallertartigen Niederschlag.

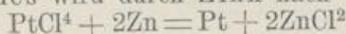
Wie bei Phosphorsäure! Prüfung auf Ammoniak mit Kalilauge!

Platinchlorid aus Rückständen.

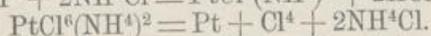
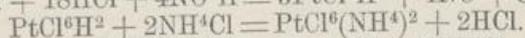
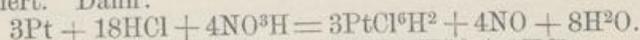


Zur Verarbeitung von Platinrückständen werden dieselben (nach *Erdmann*), falls sie organische Stoffe enthalten, zunächst in einer Porzellanschale (oder einem Porzellantiegel) geröstet, dann mit verdünnter Salzsäure angerührt und hierauf mit Stangenzink reduziert. Nach dem mechanischen Entfernen des Zinks und Dekantieren kocht man das unreine Platin wiederholt mit Wasser und etwas Salzsäure aus; dann wird in Königswasser gelöst, auf ein kleines Volum konzentriert und mit konzentrierter Salmiaklösung gefällt. Der Platinsalmiak wird nach dem Waschen in einem Porzellantiegel gegläht, der gewonnene Platinschwamm mit Salzsäure ausgekocht und dann in Königswasser gelöst. Man verdampft unter zeitweiligem Zusatz einiger Tropfen Salzsäure zur Trockne. (Will man Platinchloridlösung darstellen, so löse man den Rückstand schliesslich in 10 T. Wasser.)

Vorgang: Schon beim Rösten entsteht z. T. Platin; der Rest des Chlorides wird durch Zink nach



reduziert. Dann:



Beschreibung: Braunrote, sehr zerfliessliche Krystalle.

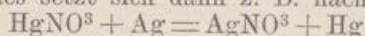
Prüfung: 10 Tropfen der Lösung, mit einem Tropfen Chlornatriumlösung auf einem Uhrglase auf ein ganz kleines Volum eingedampft, sollen bei ruhigem Erkalten eine Krystallmasse geben, in welcher unter dem Mikroskop nur wohlausgebildete, rotgelbe Prismen von Natriumplatinchlorid zu erkennen sind, die nicht durch amorphe braune Massen verunreinigt sein dürfen (Eisen; Stickoxydverbindungen des Platinchlorids.) (*Erdmann*.)

Reines Quecksilber.

Das Quecksilber wird, nachdem man es eventuell durch gelochtes Papier filtriert hat, durch Behandeln mit 15%iger Salpetersäure (sp. G. 1,09) unter zeitweiligem Schütteln und Lüften in einer starkwandigen Glasflasche (etwa 2 Tage lang!) von den fremden Metallen befreit. Man giesst die Lösung ab, schwemmt eventuell vorhandene unlösliche Oxyde ab und wäscht wiederholt mit Wasser aus. (Man kann auch analog mit einer mässig verdünnten Eisenchloridlösung digerieren.) Schliesslich wird das Wasser durch Abtupfen mit Filtrierpapier entfernt.

Vorgang: Es werden durch die Salpetersäure die fremden Metalle z. T. gelöst, z. T. in unlösliche Oxyde ver-

wandelt, ebenso wird etwas Quecksilber in Oxydulnitrat übergeführt. Dies setzt sich dann z. B. nach



mit noch vorhandenen Metallen um. — Auch bei Verwendung von Eisenchlorid entstehen Salze der Metalle (neben Quecksilberchlorür), indem das Eisenchlorid teilweise zu Eisenchlorür reduziert wird.

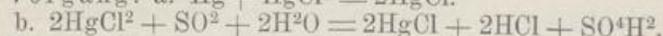
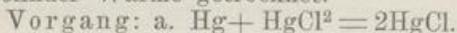
Quecksilberchlorür.



- a. 40 g Quecksilberchlorid.
30 g Quecksilber.

Die abgewogenen Mengen Quecksilberchlorid und Quecksilber werden in einer Reibschale unter Besprengen mit Weingeist so lange zerrieben, bis eine gleichmässige graue Mischung entstanden ist. Diese wird in einem Glaskolben oder Arzneiglase im Sandbade der Sublimation unterworfen. Das Sublimationsgefäss darf nur zu $\frac{1}{4}$ gefüllt sein und muss in der ersten Zeit des Erhitzens tief, später nur bis zur Hälfte seiner Höhe in den Sand eingebettet sein.

b. In die wässrige Lösung von Quecksilberchlorid (1:50) leite man unter gelindem Erwärmen (auf dem Wasserbade) schweflige Säure ein (s. sp.). Riecht die Flüssigkeit stark nach schwefliger Säure, so setze man das Erwärmen noch mehrere Stunden fort, filtriere dann und wasche mit heissem Wasser aus. Das Chlorür wird schliesslich bei Lichtabschluss in gelinder Wärme getrocknet.



Beschreibung: a. Strahlig krystallinische Krusten.

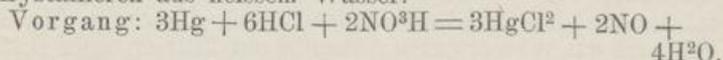
b. MikrokrySTALLINISCHES Pulver.

Prüfung: 1 g Quecksilberchlorür, mit 10 cc Wasser geschüttelt, liefere ein Filtrat, das weder durch Silbernitratlösung, noch durch Schwefelwasserstoffwasser getrübt wird. (Quecksilberchlorid!)

Quecksilberchlorid.



Man löse 40 g Quecksilber in der doppelten Menge Salzsäure unter zeitweiligem Zusatz von Salpetersäure (im Ganzen etwa die gleiche Menge erforderlich), dampfe die Lösung zur Krystallisation ein und reinige die Krystalle durch Umkrystallisieren aus heissem Wasser.

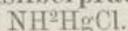


Beschreibung: Farblose Prismen oder Nadeln.

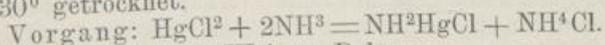
Prüfung: Fällt man das Quecksilber als Sulfid aus,

so darf das farblose Filtrat der Schwefelwasserstofffällung nach dem Verdunsten einen Rückstand nicht hinterlassen. (Fremde Salze.) Wird das so erhaltene Schwefelquecksilber mit verdünnter Ammoniakflüssigkeit geschüttelt, so zeige das Filtrat nach dem Ansäuern mit Salzsäure weder eine gelbe Färbung, noch einen gelben Niederschlag. (Arsen.)

Quecksilberpräcipitat.



2 Teile Quecksilberchlorid werden in 40 T. warmem Wasser gelöst und nach dem Erkalten unter Umrühren langsam 3 Teile Ammoniakflüssigkeit oder soviel zugegossen, dass dieselbe wenig vorwaltet. Der Niederschlag wird auf einem Filter gesammelt, nach dem Abfließen der Flüssigkeit allmählich mit 18 T. Wasser ausgewaschen und, vor Licht geschützt, bei 30° getrocknet.



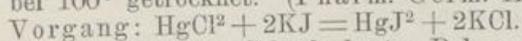
Beschreibung: Weisses Pulver.

Prüfung: Beim Erhitzen im Probierrohre sei der weisse Präcipitat, ohne zu schmelzen, unter Zersetzung ohne Rückstand flüchtig. (Unterscheidung vom schmelzbaren Präcipitat.) Mit einem Teil Wasser verdünnte Salpetersäure löse ihn beim Erwärmen auf. (Prüfung auf Quecksilberchlorür etc.)

Quecksilberjodid.



4 Teile Quecksilberchlorid werden in 80 Teilen Wasser gelöst; ebenso 5 Teile Kaliumjodid in 15 T. Wasser. Die klaren Lösungen werden unter Umrühren vermischt, der entstandene Niederschlag abfiltriert, mit Wasser ausgewaschen und bei 100° getrocknet. (Pharm. Germ. II.)



Beschreibung: Scharlachrotes Pulver. Giebt im Glühröhr gelbes Sublimat, das beim Berühren rot wird.

Prüfung: Mit Quecksilberjodid geschütteltes Wasser darf nach dem Abfiltrieren durch Schwefelwasserstoffwasser nur schwach gefärbt und durch Silbernitratlösung nur schwach opalisierend getrübt erscheinen. (Prüfung auf Chlorid!)

Quecksilberoxyd.



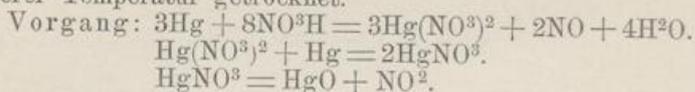
a. Rotes Quecksilberoxyd.

30 g Quecksilber.

45 g Salpetersäure, 1,2 spez. Gew.

Die Hälfte des Quecksilbers wird in heisser Salpetersäure gelöst, die erhaltene Lösung von Mercurinitrat unter

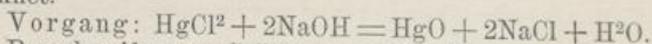
Umrühren in einer Porzellanschale zur Trockne verdampft und die zweite Hälfte des Quecksilbers innig mit der Salzmasse zusammengerieben. Diese Mischung wird unter beständigem Bewegen so lange erhitzt, bis kein Stickstoffdioxyd mehr entweicht und die Masse rotbraun erscheint. Schliesslich wird das Oxyd mit Sodalösung ausgekocht, gewaschen und bei niedriger Temperatur getrocknet.



Beschreibung: Gelblichrotes, krystallinisches Pulver.

Prüfung: Mit Oxalsäurelösung (1 = 10) längere Zeit geschüttelt, gebe es kein weisses Oxalat. (Unterschied von gelbem Oxyd.) 1 g Quecksilberoxyd, mit 2 cc Wasser geschüttelt, dann mit 2 cc Schwefelsäure versetzt und hierauf mit 1 cc Ferrosulfatlösung überschichtet, zeige auch nach längerem Stehen keine gefärbte Zone. (Salpetersäure.) Die mit Hilfe von Salpetersäure dargestellte wässrige Lösung (1 = 100) sei klar und werde durch Silbernitratlösung nur opalisierend getrübt. (Quecksilberchlorid.) (Arzneibuch.)

b. Gelbes Quecksilberoxyd. 2 T. Quecksilberchlorid werden in 20 T. warmem Wasser gelöst und in eine kalte Mischung von 6 T. Natronlauge mit 10 T. Wasser unter Umrühren langsam eingegossen. Diese Mischung wird unter öfterem Umschütteln eine Stunde bei mässiger Wärme stehen gelassen, dann der Niederschlag gesammelt, mit warmem Wasser ausgewaschen und bei 30° unter Lichtabschluss getrocknet.



Beschreibung: Gelbes, amorphes Pulver.

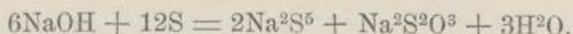
Prüfung: Mit Oxalsäurelösung (s. o.) liefert es allmählich weisses Oxalat. (Unterschied vom roten Oxyd.) Prüfung auf Chlorid s. o.!

Rotes Quecksilbersulfid (Zinnober).

HgS.

Man stelle sich zunächst durch inniges Mischen und Zerreiben von 50 g Quecksilber und 20 g Schwefel ein Gemisch von schwarzem Quecksilbersulfid und Schwefel her; dies übergiesse man in einer Schale mit einer Lösung von 12 g Aetzkali in ca. 60 g Wasser und digeriere nun bei ca. 45° tagelang unter Ersatz des verdampfenden Wassers, bis die Masse rein rot geworden. Man sammle den Zinnober, wasche aus und trockne ihn bei nicht zu hoher Temperatur.

Vorgang: Es entsteht zunächst, wie erwähnt, schwarzes Sulfid; der überschüssige Schwefel bildet mit der Lauge Natriumpentasulfid und Thiosulfat:



In der Polysulfidlösung ist nun schwarzes Sulfid löslich und scheidet sich aus derselben als rotes Sulfid wieder aus.

Beschreibung: Lebhaft rotes Pulver.

Prüfung: Darf an Salpetersäure kein Quecksilber abgeben und an Natronlauge keinen Schwefel (mit Bleiacetat zu prüfen!).

Salpetersäure.

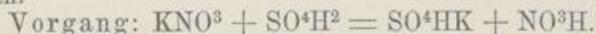
NO^3H .

100 g Kaliumnitrat

110 g konz. Schwefelsäure.

Den Salpeter giebt man in eine tubulierte Retorte, trägt allmählich die Schwefelsäure ein und destilliert die Salpetersäure in eine kalt gehaltene Vorlage ab. (Die Retorte sei mit eingeschlifftem Glasstöpsel verschlossen; der Hals der Retorte wird in die Vorlage gesteckt. Der Rückstand in der Retorte ist vor dem Erstarren aus derselben zu entfernen.)

Um die durch etwas Untersalpetersäure gefärbte Säure zu entfärben, leite man einen Strom trockener Kohlensäure durch.

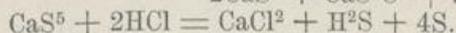
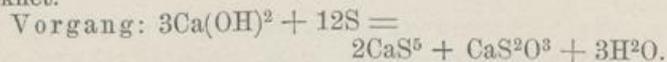


Beschreibung: Farblose bis gelbliche, rauchende Flüssigkeit.

Prüfung: Gehaltsbestimmung aus dem spez. Gew. oder durch Titration. — Mit Wasser stark verdünnt, darf die Säure weder durch Silbernitrat, noch durch Baryumnitrat gefällt werden. — Wird die verdünnte Säure mit Chloroform geschüttelt, so darf letzteres, auch nach Zusatz eines in die Säureschicht hineinragenden Stückchens Zink, nicht violett gefärbt werden. (Jod, Jodsäure.)

Sulfur praecipitatum.

20 g gebrannter Kalk, 120 cc Wasser zu einem dünnen Brei angerührt, werden in einer Porzellanschale mit 50 g Schwefel und 500 cc Wasser eine Stunde unter Ersatz des verdampfenden Wassers gekocht. Die erhaltene Lösung lässt man zum Klären stehen, zieht sie mit einem Heber ab und versetzt sie mit verdünnter Salzsäure unter Vermeidung eines Ueberschusses (nicht bis zur sauren Reaktion zusetzen!). Der ausgeschiedene Schwefel wird abfiltriert, ausgewaschen und getrocknet.



Es soll durch die Säure nur das Pentasulfid zersetzt

werden, nicht aber das Thiosulfat oder gar das bei Arsengehalt des Schwefels vorhandene Calciumthioarseniat.

Beschreibung: Feines, gelblichweisses, nicht krystallinisches Pulver.

Prüfung: Das mit Wasser befeuchtete Präparat darf blaues Lackmuspapier nicht röten. (Prüfung auf Säure.) Es muss, mit 20 T. Ammoniakflüssigkeit bei 35—40° unter bisweiligem Umschütteln stehen gelassen, ein Filtrat geben, das beim Ansäuern mit Salzsäure, auch nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser, nicht gelb gefärbt wird. (Arsenprüfung.)

Schwefligsäurelösung.

SO².

a. Aus Kupfer und Schwefelsäure, vgl. p. 205!

b. Man übergiesst in einer Retorte zerkleinerte Holzkohle mit konz. Schwefelsäure und erhitzt vorsichtig.

Das Schwefligsäureanhydrid wird in Wasser aufgefangen, nachdem es in einer wenig Wasser enthaltenden Waschflasche von mitgerissener Schwefelsäure befreit wurde.

Vorgang: $C + 2H^2SO^4 = SO^2 + CO^2 + 2H^2O$.

Beschreibung: Klare, farblose Flüssigkeit von stechendem Geruche.

Prüfung: Die schweflige Säure gebe mit Baryumnitratlösung erst nach Zusatz von Chlorwasser Niederschlag. (Prüfung auf Schwefelsäure.) — Gehaltsbestimmung durch Titration mit Jodlösung, vgl. Massanalyse pag. 87!

Schwefligs. Natrium, neutral.

SO³Na². 7H²O.

Man leitet in eine Lösung von Natriumcarbonat schweflige Säure (s. o.) ein, bis die Lösung stark nach der Säure riecht. Zu dieser Lösung des sauren Natriumsulfites giebt man die gleiche Menge von Natriumcarbonat, wie vorher verwendet, und bringt bei mässiger Wärme oder besser über konz. Schwefelsäure zur Krystallisation.

Vorgang: $Na^2CO^3 + 2SO^2 + H^2O = 2SO^3NaH + CO^2$.

$2SO^3NaH + Na^2CO^3 = 2SO^3Na^2 + CO^2 + H^2O$.

Beschreibung: Monokline, leicht lösliche Prismen.

Prüfung: Auf Schwefelsäure mit Chlorbaryum in saurer Lösung.

Silbernitrat.

AgNO³.

a. Aus Silbermünzen. Die mechanisch gereinigte Münze wird in der dreifachen Menge konz. Salpetersäure gelöst und die erhaltene Lösung, nach allenfallsiger Filtration, zur Trockne gebracht. Der Trockenrückstand (Silber- und Ku-

pfernitrat) liefert beim Glühen im Porzellantiegel Kupferoxyd und Silbernitrat; letzteres wird in Wasser gelöst und zur Krystallisation gebracht.

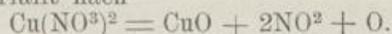
Oder die Lösung der Münze in Salpetersäure wird mit Wasser verdünnt und mit Salzsäure gefällt. Das erhaltene Chlorsilber wird mit Salzsäure angefeuchtet und mit Zink in Berührung gebracht. Nach mehrstündiger Berührung wird das Zink weggenommen, die Reaktionsmasse mit verdünnter Salzsäure (zur Lösung von Zinkresten), dann mit Wasser ausgekocht und nun wieder in Salpetersäure gelöst.

Man kann auch das Chlorsilber durch Lösen in Ammoniak und Vermischen dieser, mit Wasser verdünnten ammoniakalischen Lösung in der Siedehitze mit Traubenzuckerlösung zu Silber reduzieren.

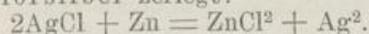
b. Aus Silberrückständen. Man befreit die Rückstände möglichst vom Papier und reduziert sie mittelst Zink oder Traubenzucker. Enthalten sie Schwefelsilber, so sind sie vorher (nach Entfernung der überstehenden Salzsäure) mit verdünnter Salpetersäure zu extrahieren; aus der so erhaltenen Nitratlösung fällt man dann das Silber mittelst Salzsäure und giebt das Chlorsilber zur Hauptmasse.

(Will man das fein verteilte Silber zu Silberkügelchen schmelzen, so befeuchtet man es mit einer Lösung von Borax und Salpeter (5% vom Gewicht des Silbers an geglühtem Borax, 0,5% an Salpeter), trocknet das Gemenge, bringt es in kleinen Portionen auf ein Kalkstück mit kleiner Grube und schmilzt es hier vor dem Gebläse zu einem Regulus, den man in eine mit Wasser gefüllte Schale fallen lässt. Dieser wird schliesslich mit verdünnter Schwefelsäure ausgekocht, abgewaschen und getrocknet.)

Vorgang: Silbernitrat schmilzt ohne Zersetzung, Kupfernitrat zerfällt nach



Chlorsilber wird durch das Zink unter Bildung von Silber und Chlorsilber zerlegt:

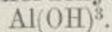


Durch ammoniakalische Traubenzuckerlösung wird das Chlorsilber unter Oxydation des Traubenzuckers reduziert.

Beschreibung: Farblose, tafelförmige Krystalle.

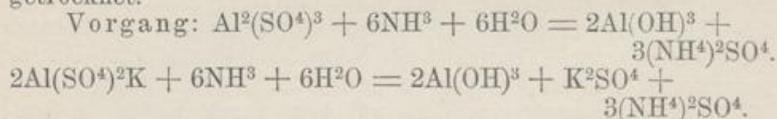
Prüfung: Ein Raumteil der wässerigen Lösung (1 = 10) darf sich nach dem Vermischen mit 4 Raumteilen verdünnter Schwefelsäure und Erhitzen bis zum Sieden nicht trüben. (Blei.) Wird die Lösung mit Salzsäure gefällt, so darf das Filtrat durch Ammoniak nicht gebläut werden. (Kupfer.)

Thonerdehydrat.



Man löse (eisenfreies) Aluminiumsulfat oder Alaun in

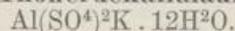
etwa der zehnfachen Menge Wasser und gebe zu der eventuell filtrierten Lösung Ammoniakflüssigkeit bis zum deutlichen Vorwalten. Der Niederschlag wird durch Dekantieren mit heissem Wasser so lange ausgewaschen, bis das letztablaufende Filtrat keine Schwefelsäurereaktion mehr giebt. Dann wird er auf einem Filter gesammelt, etwas abgepresst und bei 100° getrocknet.



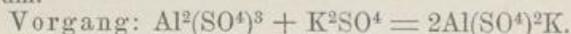
Beschreibung: Weisses, leichtes, amorphes Pulver.

Prüfung: Soll nach dem Lösen in Salzsäure keine Eisenreaktion mit Kaliumferrocyanid geben. — Wird die Thonerde aus der Lösung durch Ammoniak gefällt, so soll das Filtrat beim Verdampfen und Glühen keinen feuerbeständigen Rückstand hinterlassen. (Kaliumsulfat.) Soll an Wasser keine Schwefelsäure beim Kochen abgeben. (Basisches Sulfat.)

Thonerdekalialaun.



Man gebe zu konzentrierter heisser Lösung von Aluminiumsulfat die entsprechende Menge von Kaliumsulfat und lasse unter Rühren erkalten. Das fallende Alaunmehl trennt man von der Lauge und krystallisiert aus heissem Wasser um.



Die erforderliche Menge an Kaliumsulfat K^2SO^4 ist aus dem angewandten Aluminiumsulfat $(\text{Al}^2\text{SO}^4)^3 \cdot 18\text{H}^2\text{O}$ durch Rechnung zu finden.

Beschreibung: Farblose, oktaedrische Krystalle.

Prüfung: Die wässrige Lösung (1 = 20) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden (Metalle); 20 cc derselben dürfen durch 0,5 cc Kaliumferrocyanidlösung nicht sofort bläulich gefärbt werden. (Eisen.)

Uranoxyd aus Uranrückständen.

Man löse die aus Uranylphosphat, $\text{PO}^4(\text{U}^{\text{O}^2})\text{H}$, bestehenden Rückstände nach *Reichardt-Wagner* in Salzsäure unter Zusatz von etwas Salpetersäure (zur Oxydation etwa vorhandenen Eisenoxyduls), verdünne das Filtrat, erwärme, füge so lange Soda zu, bis sich das Eisenoxyd in Flocken abscheidet, filtriere wieder und fälle im Filtrate die Phosphorsäure mit Magnesiummischung (vgl. Gewichtsanalyse pag. 75). Nach 12—24 Stunden prüfe man, ob sämtliche Phosphorsäure gefällt ist, filtriere, säure mit Salzsäure an, entferne durch längeres Erwärmen die in der Flüssigkeit gelöste

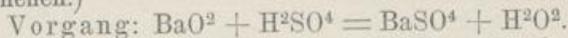
Kohlensäure, füge noch etwas Salmiak zu und fälle darauf aus warmer Lösung das Uran als Ammoniumuranat $\text{Ur}^{2}\text{O}^7(\text{NH}^4)^2$, durch Zusatz von Ammoniak.

Man kann nun das Uranat durch Glühen in Uranoxyduloxyd, Ur^3O^8 , überführen und dies durch Lösen in Salpetersäure als Uranylнитрат $\text{UrO}^2(\text{NO}^3)^2$, man kann auch das Uranat direkt in Essigsäure als Acetat, $\text{UrO}^2(\text{C}^2\text{H}^3\text{O}^2)^2$, lösen.

Wasserstoffsperoxyd.



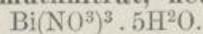
Man mischt 20 cc konz. Schwefelsäure mit 200 cc Wasser, kühlt in einem Becherglase durch Einstellen in eine Kältemischung (Kochsalz und Eis) gut ab und trägt unter Umrühren so lange Baryumsperoxydhydrat (s. pag. 184) ein, bis die Mischung nur mehr sehr schwach sauer reagiert. Man lässt dann absitzen, filtriert und neutralisiert die eiskalte Flüssigkeit mit Barytwasser, bis sich im Filtrate weder Schwefelsäure, noch Baryt mehr nachweisen lässt. (Will man die Lösung konzentrieren, so muss das Eindunsten bei gewöhnlicher Temperatur im Vacuum neben Schwefelsäure geschehen.)



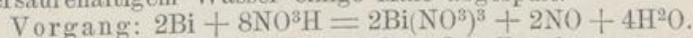
Beschreibung: Farb- und geruchlose wässrige Flüssigkeit.

Prüfung: Auf Baryt und Schwefelsäure! — Gehaltsbestimmung durch Titration mit Kaliumpermanganat; vgl. Massanalyse pag. 76.

Wismuthnitrat, neutral.



1 T. grob gepulvertes Wismuth wird in zuvor auf 75 bis 90° erhitzte 5 T. Salpetersäure (1,2 spez. Gew.) ohne Unterbrechung in kleinen Mengen eingetragen und die gegen das Ende sich abschwächende, heftige Einwirkung durch verstärktes Erhitzen der Wismuthlösung unterstützt. Letztere wird nach mehrtägigem Stehen klar abgegossen und zur Krystallisation eingedampft. Die Krystalle werden mit wenig salpetersäurehaltigem Wasser einige Male abgespült.



Das Stehenlassen der Lösung hat den Zweck, etwa vorhandenes Arsen als basisches Wismutharseniat sich abcheiden zu lassen.

Beschreibung: Grosse, farblose, durchsichtige Säulen.

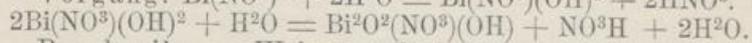
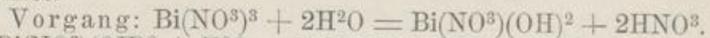
Prüfung: Auf Arsen; siehe das basische Salz!

Wismuthnitrat, basisch. (Magisterium Bismuti.)

Gemenge von $\text{Bi}(\text{NO}^3)(\text{OH})^2$ und $\text{Bi}^2\text{O}^2(\text{NO}^3)(\text{OH})$.

Die nach Vorigem erhaltenen Krystalle von neutralem

Wismuthnitrat werden mit der 4fachen Menge Wasser gleichmässig zerrieben und unter Umrühren in die 21fache Menge siedenden Wassers eingetragen. Sobald der Niederschlag sich ausgeschieden hat, wird die überstehende Flüssigkeit entfernt, der Niederschlag gesammelt, nach völligem Abfließen der Flüssigkeit mit einem gleichen Raunteile kalten Wassers nachgewaschen und nach Abfließen der Flüssigkeit bei 30° getrocknet.



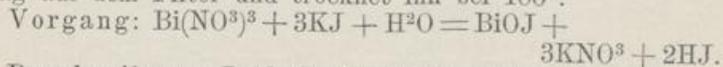
Beschreibung: Weisses, mikrokristallinisches Pulver.

Prüfung: Bei 120° verliere es 3—5 von 100 Gewichtsteilen und hinterlasse beim Glühen, unter Entwicklung gelbroter Dämpfe, auf 100 T. 79—82 T. Wismuthoxyd. (Prüfung auf richtigen Wasser- und Salpetersäuregehalt.) — 0,5 g basisches Wismuthnitrat lösen sich in der Kälte in 25 cc verdünnter Schwefelsäure ohne Entwicklung von Kohlensäure klar auf. (Carbonat; Blei.) Ein Teil dieser Lösung, mit überschüssiger Ammoniakflüssigkeit versetzt, gebe ein farbloses Filtrat. (Kupfer.) Ein zweiter Teil, mit mehr Wasser verdünnt und mit Schwefelwasserstoff völlig ausgefällt, gebe ein Filtrat, das nach dem Eindampfen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlässt. (Zink, Magnesia, Kalk etc.) Wird 1 g basisches Wismuthnitrat bis zum Aufhören der Dampfbildung erhitzt, nach dem Erkalten zerrieben und in 3 cc Zinnchlorürlösung gelöst, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung nicht eintreten. (Arsen.) 0,5 g, in 5 cc Salpetersäure gelöst, geben eine klare Flüssigkeit, welche, mit 0,5 cc Silbernitratlösung versetzt, höchstens opalisierend getrübt, sowie durch 0,5 cc einer mit der gleichen Gewichtsmenge Wassers verdünnten Baryumnitratlösung nicht verändert werde. (Salzsäure, Schwefelsäure.) Mit Natronlauge im Ueberschuss erwärmt, darf das Präparat kein Ammoniak entwickeln. (Arzneibuch.)

Wismuthoxyjodid.

BiOJ.

9,5 g krystallisiertes Wismuthnitrat werden in 12 cc Eisessig kalt gelöst und unter Umrühren in eine Lösung von 3,3 g Kaliumjodid und 5 g Natriumacetat in 200 g Wasser in kleinen Mengen allmählich eingetragen. Man lässt absitzen, wäscht durch Dekantieren aus, sammelt den ziegelroten Niederschlag auf dem Filter und trocknet ihn bei 100°.



Beschreibung: Lebhaft ziegelrotes, schweres, nach Jod riechendes Pulver.

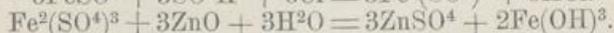
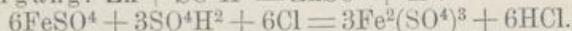
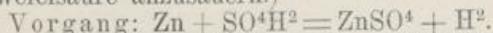
Prüfung: Werden 0,5 g Oxyjodid mit 10 cc Wasser ge-

schüttelt, so darf das Filtrat nach dem Ansäuern mit Salpetersäure durch Silbernitratlösung nur eine opalisierende Trübung erfahren. (Jodkalium.) Wird 1 g des Salzes mit 10 cc verdünnter Schwefelsäure gemischt, alsdann ein Tropfen Indigolösung hinzugefügt, so darf eine Entfärbung nicht eintreten. (Salpetersäure.) Wird 1 g Oxyjodid bis zum Aufhören der Dampfbildung erhitzt, nach dem Erkalten zerrieben und in 3 cc Zinnchlorürlösung gelöst, so darf im Laufe einer Stunde eine dunklere Färbung nicht eintreten. (Arsen.) Wird Wismuthoxyjodid mit der 10fachen Menge Salpetersäure in einem Porzellantiegel zur Trockne verdampft und bis zu gleichbleibendem Gewicht schwach gegläht, so müssen von 100 Teilen 66—67,5 Teile Wismuthoxyd verbleiben. (Gehaltsbestimmung; theoretisch 66,96% Bi²O³.) (Arzneimittel.)

Zinksulfat. ZnSO⁴ · 7H²O.

Man löst Zink in verdünnter Schwefelsäure, jedoch so, dass schliesslich etwas Zink ungelöst bleibt. Man filtriert ab und verdunstet die Lösung zur Krystallisation.

(Sollte Eisen in Lösung gegangen sein, so oxydiert man mit etwas Chlorwasser und scheidet dann das Eisen als Hydroxyd durch Digestion der Lösung mit etwas Zinkoxyd oder Carbonat; die Lösung ist nach dem Filtrieren mit etwas Schwefelsäure anzusäuern.)



Digiert man überschüssiges Zink in Schwefelsäure, so bleiben fremde Metalle (mit Ausnahme des Eisens) ungelöst.

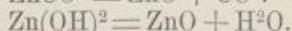
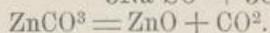
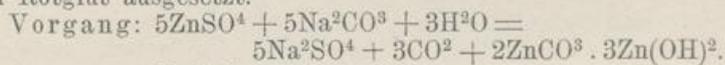
Beschreibung: Farblose, an trockener Luft langsam verwitternde Krystalle.

Prüfung: Eine Lösung von 0,5 g des Salzes in 10 cc Wasser und 5 cc Ammoniakflüssigkeit soll klar sein und mit überschüssigem Schwefelwasserstoffwasser eine weisse Fällung geben. (Prüfung auf Eisen und andere Metalle: Blei, Cadmium, Kupfer etc.). Werden 2 g Zinksulfat mit 10 cc Weingeist geschüttelt und nach 10 Min. filtriert, so muss sich ein Filtrat ergeben, das, mit 10 cc Wasser verdünnt, Lackmuspapier nicht verändern darf. (Freie Schwefelsäure.)

Zinkoxyd. ZnO.

Durch langsames Eingiessen einer Lösung von 20 g Zink-

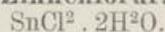
sulfat in 200 g Wasser in eine siedende Lösung von 20 g Natriumcarbonat in 200 g Wasser, die während des Ein-
giessens stets im Sieden zu erhalten sind, erhält man basi-
sches Zinkcarbonat. Dies wird gut ausgewaschen, ge-
trocknet und im Porzellan- oder hessischen Tiegel einer schwachen
Rotglut ausgesetzt.



Beschreibung: Zartes, amorphes, weisses, in der Hitze
gelbes Pulver.

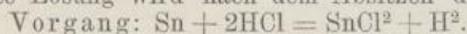
Prüfung: Wird 1 g Zinkoxyd mit 3 cc Zinnchlorür-
lösung geschüttelt, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung
nicht eintreten. (Arsen.) Schüttelt man 3 g Zinkoxyd mit
Wasser, so darf das Filtrat durch Baryumnitrat- und durch
Silbernitratlösung nur opalisierend getrübt werden. (Chlo-
rid, Sulfat.) In 10 Teilen verdünnter Essigsäure löse
Zinkoxyd sich ohne Aufbrausen. (Carbonat.) Diese Lösung
gebe mit überschüssiger Ammoniakflüssigkeit eine klare,
farblose Flüssigkeit, welche weder durch Ammoniumoxalat-,
noch durch Natriumphosphatlösung getrübt werden darf,
beim Ueberschichten mit Schwefelwasserstoffwasser aber
eine rein weisse Zone entstehen lasse. (Eisen; Kupfer;
Kalk; Magnesia; fremde Metalle.) (Arzneibuch.)

Zinnchlorür.



Man löst Stanniol oder granuliertes Zinn in konz.
Salzsäure, filtriert die Lösung und dampft zur Krystalli-
sation ein.

Will man aus dem erhaltenen Chlorür die für Arsen-
nachweis dienende Zinnchlorürlösung darstellen, so werden
5 Teile krystallisiertes Zinnchlorür mit einem Teil Salz-
säure zu einem Brei angerührt und letzterer vollständig mit
trockenem Chlorwasserstoff gesättigt. Die hierdurch er-
zielte Lösung wird nach dem Absitzen durch Asbest filtriert.



Beschreibung: Farblose, monokline Prismen, bezw. blass-
gelbliche, stark rauchende Flüssigkeit von mindestens 1,900
sp. Gewicht.

Prüfung: Das kryst. Salz soll in Wasser und in Al-
kohol nach Zusatz einiger Tropfen Salzsäure völlig löslich
sein (Abwesenheit bas. Chlorürs und bas. Chlorides). —
Prüfung auf Eisen! — Die Lösung soll verdünnte Arsenig-
säurelösung sofort schwärzen.