

Z u s ä t z e.

Zu Seite 5.

Es ist nicht nöthig bei der quantitativen Bestimmung des Kali's mittelst Platinchlorid das erhaltene Kaliumplatinchlorid auf einem gewogenen Filtrum zu filtriren. Man kann dazu ein nicht gewogenes Filtrum anwenden, das aber nicht zu groß sein muß. Man glüht, nach dem Aussüßen mit Spiritus und Trocknen, das Salz, aber mit Vorsicht, weil beim Glühen leicht mit den Dämpfen des Chlors etwas vom unzersetzten Salze und selbst etwas metallisches Platin entweichen kann. Man legt das Salz im Filtrum eingewickelt in einen Platintiegel, und erhitzt denselben mit ganz aufgelegtem Deckel lange Zeit mäßig, wobei das Filtrum langsam verkohlt und das Salz zersetzt wird, ohne daß etwas davon mechanisch fortgerissen wird. Dann verbrennt man bei stärkerer Hitze bei geöffnetem Deckel die Kohle des Filtrums zu Asche, und übergießt im Platintiegel den geglühten Rückstand mit Wasser, welches das Chlorkalium auflöst und fein zertheiltes Platin ungelöst zurückläßt, das wegen seiner Schwere sich leicht zu Boden setzt. Es wird so oft mit Wasser ausgesüßt, bis die abgegossene Flüssigkeit nicht mehr die Auflösung des salpetersauren Silberoxyds trübt. Das Platin wird darauf getrocknet, geglüht und gewogen, worauf man aus der Menge desselben die Menge des Kaliums oder des Kali's nach den Tabellen berechnet.

Zu Seite 35.

Sind die feuerbeständigen Alkalien und die Talkerde als Chlormetalle in einer Auflösung enthalten, so verwandelt man sie in schwefelsaure Salze, und trennt diese auf die angeführte Art. Auf eine minder umständliche

Weise kann man die Chlormetalle dieser Basen scheiden, wenn man sie, nachdem ihre Auflösung bis zur Trocknifs verdampft worden ist, in einem kleinen Platintiegel durch die Spirituslampe mit doppeltem Luftzuge glüht, alsdann ein Stückchen kohlen-sauren Ammoniaks auf das geglühte Salz legt, nachdem man es mit einem Tropfen Wasser befeuchtet hat, und dasselbe wiederum glüht. Man wiederholt dies so oft, bis nach erneuertem Glühen das Salz nichts mehr am Gewichte verliert. Das Chlormagnesium hat sich dann in Talkerde verwandelt, während die alkalischen Chlormetalle sich nicht verändert haben. Man trennt letztere von der Talkerde durch heisses Wasser.

Diese Methode giebt nicht ganz so genaue Resultate, wie die, die Basen im schwefelsauren Zustande zu scheiden; denn die unaufgelöste Talkerde enthält immer noch Spuren von Chlor, und es löst sich mit dem alkalischen Chlormetall eine Spur von Chlormagnesium und von Talkerde auf. Jedoch weicht bei gehöriger Vorsicht das erhaltene Resultat nicht 1 Procent von der Wahrheit ab.

Es kann indessen auf die angeführte Art nur Chlorkalium und Chlornatrium vom Chlormagnesium getrennt werden, nicht Chlorlithium, weil dasselbe durch Glühen mit kohlen-saurem Ammoniak zum Theil in kohlen-saures Lithion verwandelt wird.

Chlorkalium kann übrigens vom Chlormagnesium besser noch durch Platinchlorid getrennt werden. Aus der vom Kaliumplatinchlorid abfiltrirten spirituösen Flüssigkeit scheidet man das Platin entweder durch Schwefelwasserstoffgas, oder dadurch, dafs man sie bis zur Trocknifs abdampft und glüht, und durch Chlorwasserstoffsäure die Talkerde vollständig auflöst.

Zu Seite 65.

Es ist nicht nöthig, eine sehr verdünnte Auflösung, die Eisenoxydul enthält, durch Abdampfen zu concentri-

ren, wenn man durch Salpetersäure das Oxydul in Oxyd verwandeln will. Man braucht nur die Auflösung in einer Porcellanschale bis nahe zum Kochen zu erhitzen, und dann Salpetersäure hinzuzufügen, um die Oxydation in den verdünntesten Auflösungen zu bewirken. Die Anwendung der Salpetersäure ist der des Chlorgases vorzuziehen.

Zu Seite 74.

Nach Berthier kann die Zirconerde vom Eisenoxyd auf eine ähnliche Weise getrennt werden, wie man nach ihm die Titansäure vom Eisenoxyd trennt (S. 223.).

Zu Seite 127.

Das Bleioxyd kann von den meisten Oxyden sehr gut und leicht auf die Weise getrennt werden, dafs man dieselben mit Chlorwasserstoffsäure übergießt, und die Oxyde in Chlormetalle verwandelt. Man trennt dann vermittelst Alkohol das Chlorblei von den andern Chlormetallen, welche fast alle in Alkohol auflöslich sind. Von der Auflösung derselben wird der Alkohol abgedunstet; sie werden dann in Wasser aufgelöst, und aus der Auflösung die Oxyde gefällt. In vielen Fällen kann dies durch die gewöhnlichen Fällungsmittel nicht geschehen, weil durch die Einwirkung des Alkohols auf die Chlormetalle sich organische Verbindungen gebildet haben, durch welche die Fällung der Oxyde dieser Metalle durch Alkalien zum Theil verhindert wird. Durch Schwefelwasserstoffgas, oder durch Schwefelwasserstoff-Ammoniak hingegen werden sie als Schwefelmetalle vollständig abgeschieden.

Zu Seite 131.

Die von A. Stromeyer angegebene Methode, Wismuthoxyd vom Bleioxyd vermittelst einer Kaliauflösung zu trennen, gelingt nach H. Frick nicht, weil beim Wismuth-

oxyd eine beträchtliche Menge von Bleioxyd bleibt, das durch erneutes Kochen mit Kalialösung nicht aufgelöst werden kann. Die Trennung beider Oxyde durch Schwefelsäure giebt ein besseres Resultat; es ist indessen hierbei nöthig, zu der etwas verdünnten Auflösung beider Oxyde Schwefelsäure zu setzen, und das erhaltene schwefelsaure Bleioxyd bald zu filtriren.

Die beste Methode, Wismuth vom Blei in metallischen Verbindungen zu trennen, ist die, über die erhitzte Legirung Chlorgas zu leiten, wodurch Chlorwismuth abdestillirt werden kann, während Chlorblei zurückbleibt. Wendet man eine zu starke Hitze an, so kann etwas Chlorblei verflüchtigt werden; ist indessen die angewandte Hitze zu schwach, so wird oft nicht alles Chlorwismuth verflüchtigt. Das Chlorwismuth wird in Wasser geleitet, welches so viel Chlorwasserstoffsäure enthält, daß alles Oxyd aufgelöst bleibt; aus dieser Auflösung fällt man es durch Schwefelwasserstoffgas.

Zu Seite 139.

Man kann zwar aus einer Flüssigkeit, in welcher Kupferoxyd durch einen Ueberschuß von Ammoniak aufgelöst worden ist, das Oxyd durch Kochen mit einer Auflösung von Kali vollständig fällen; es ist indessen nothwendig, das gefällte Kupferoxyd so bald wie möglich zu filtriren und auszusüßen. Läßt man es lange unter der ammoniakalischen Flüssigkeit, so wird ein Theil des Oxyds von letzterer wiederum aufgelöst, und färbt dieselbe bläulich.

Zu Seite 140.

Ist Wismuth mit Kupfer in einer Legirung verbunden, so trennt man sie am besten vermittelst Chlorgas, das über die erhitzte Verbindung geleitet wird. Es destillirt Chlorwismuth über, während eine Mischung von Kupferchlorid und Kupferchlorür zurückbleibt.

Die Trennung des Kupferoxyds vom Bleioxyd geschieht am besten, indem man mittelst Chlorwasserstoffsäure beide in Chlormetalle verwandelt, und diese durch Alkohol trennt, in welchem das Chlorblei unlöslich ist. Aus der alkoholischen Auflösung kann durch Kaliauflösung das Kupferoxyd nicht vollständig gefällt werden. Man dampft den Alkohol ab; löst das Kupferchlorid in vielem Wasser auf, und fällt dasselbe aus dieser Auflösung mittelst Schwefelwasserstoffgas als Schwefelkupfer.

Zu Seite 175.

Um die Menge des Osmiums und des Iridiums in den Platinrückständen frei von anderen, darin enthaltenen Stoffen zu erhalten, hat Wöhler (Poggendorff's Annal., Bd. XXXI. S. 161.) folgende Methode vorgeschlagen: Man vermischt diesen Rückstand, ohne ihn fein zu reiben, mit seinem gleichen Gewichte verknisterten und fein geriebenen Chlornatriums. Dieses Gemenge füllt man in eine weite und lange Glasröhre, und legt sie in einen kleinen Ofen, der bei der Verbrennung organischer Substanzen durch Kupferoxyd angewandt wird, und der Seite 630. abgebildet ist. Das eine Ende der Röhre setzt man mit einem Chlorentwickelungs-Apparate in Verbindung, und an das andere fügt man einen kleinen, mit einer Gasleitungsröhre versehenen, tubulirten Ballon, welcher zur Aufnahme der absublimirenden Osmiumsäure dient. Diese Ableitungsröhre wird in ein Gefäß mit verdünntem Ammoniak geführt, worin sich die weiter fortgeführten Antheile der Osmiumsäure auflösen. — Unter die Röhre legt man alsdann ihrer ganzen Länge nach glühende Kohlen, so daß das Gemenge in schwaches Glühen kommt. Nun läßt man die Chlorentwicklung beginnen, und das nicht getrocknete Gas in einem nicht zu starken Strom über die Masse streichen. Es wird davon in so großer Menge und so vollständig absorhirt, daß in der ersten

Zeit keine Blase in das Ammoniak übergeht. Wenn dies in stärkerem Grade zu geschehen anfängt, was, wenn man in einer großen Menge, etwa in 100 Grammen, die Menge des Iridiums und Osmiums bestimmen und ausscheiden will, nach ungefähr 2 Stunden der Fall ist, so ist die Operation beendigt; man läßt den Apparat erkalten, und nimmt ihn aus einander.

Der Vorgang bei dieser Operation besteht darin, daß sich Chloriridiumnatrium und Chlorosmiumnatrium bilden, die beide in Wasser lösliche Salze sind, und daß das Titaneisen und andere Stoffe unangegriffen, also unlöslich bleiben. Durch die Feuchtigkeit des Chlorgases aber scheint das Chlorosmium beständig wieder in der Art zersetzt zu werden, daß sich Chlorwasserstoffsäure und Osmiumsäure bilden, während metallisches Osmium abgeschieden und von Neuem der Einwirkung des Chlorgases ausgesetzt wird. Auch findet man gewöhnlich im vordern Theile der Röhre eine gewisse Menge tiefgrünes oder rothes Chlorosmium. So viel ist gewiß, daß man den größten Theil des Osmiums als Osmiumsäure abgeschieden erhält.

Man reducirt darauf das Osmium aus der erhaltenen Osmiumsäure, aus dem Chlorosmium und aus der ammoniakalischen Flüssigkeit auf die Weise, wie es Seite 174. angeführt worden ist.

Der mit Chlor behandelte Inhalt der Röhre ist schwach zusammengesintert. Indem man die ganze Röhre in einen hohen Cylinder voll Wasser stellt, sondert sich die Masse leicht ab, und es löst sich alles Lösliche auf. Man erhält eine tiefe braunrothe Auflösung vom Iridiumdoppelsalze. Sie riecht stark nach Osmiumsäure, die vom zersetzten Chlorosmium herrührt. Man gießt die ganze Flüssigkeit von dem unangegriffenen Rückstand ab, in welchem man nur noch die vorhandenen größeren Blättchen von Osmium-Iridium bemerken kann. Die abgossene Flüssigkeit unterwirft man der Destillation, um die darin enthal-

tene Osmiumsäure zu gewinnen, indem man die Dämpfe in verdünntem Ammoniak auffängt. Wenn ungefähr die Hälfte der Flüssigkeit, und mithin alle Osmiumsäure übergegangen ist, unterbricht man die Destillation und filtrirt die Flüssigkeit.

Hierauf wird dieselbe in einer Schale zum Abdampfen über Feuer gestellt, und während dessen nach und nach mit kohlen saurem Natron im Ueberschufs versetzt, wobei sich ein Anfangs brauner, beim weitem Einkochen bläulichschwarz werdender Niederschlag bildet. Die eingetrocknete schwarze Masse wird schwach geglüht und nach dem Erkalten mit heißem Wasser ausgezogen. Hierbei bleibt ein kohlen schwarzes Pulver zurück, welches hauptsächlich aus Iridiums sesquioxydul besteht. Man wäscht und trocknet es. Die davon abfiltrirte Salzlösung wird weggegossen, denn sie enthält außer Chlornatrium und kohlen saurem Natron nur etwas chromsaures Alkali, wodurch sie gelb gefärbt ist.

Das Iridiums sesquioxydul enthält außer etwas Osmium, dessen Entfernung eine besondere Behandlung erfordern würde, namentlich noch Eisenoxyd. Man legt es in eine Glasröhre und leitet Wasserstoffgas darüber. Gewöhnlich wird es von selbst glühend und reducirt sich ohne Anwendung äußerer Wärme. Am sichersten aber ist es, die Röhre zu erwärmen, und das Oxyd so lange im Wasserstoffgase schwach glühend zu erhalten, als sich Wasser bildet.

Das so erhaltene metallische Iridium ist ein schwarzes Pulver. Es enthält viel Natron, welches mit dem Sesquioxydul chemisch verbunden war, und sich nun durch Wasser ausziehen läßt. Man übergießt es mit concentrirter Chlorwasserstoffsäure, und digerirt es damit, wodurch das Eisen ausgezogen wird.

Nach einer einmaligen Behandlung ist indessen der Platinrückstand noch nicht erschöpft; man muß ihn, mit

seinem halben Gewicht Chlornatrium vermischt, noch einige Male demselben Verfahren unterwerfen.

Zu Seite 183.

Die Trennung des Platins vom Silber könnte auch, besonders wenn wenig von letzterem in der Legirung enthalten ist, auf die Weise geschehen, daß man dieselbe mit Königswasser behandelt, und das Silber als Chlorsilber auszuschcheiden sucht.

Zu Seite 268.

Wenn Arsenik mit Metallen verbunden ist, welche, in sauren Auflösungen durch Schwefelwasserstoffgas nicht als Schwefelmetalle gefällt werden, wie mit Eisen, Nickel, Kobalt, Zink und Mangan, und die Verbindung zugleich Spuren von Kupfer, Wismuth, oder von einem andern Metalle enthält, das wie Arsenik selbst, aus der sauren Auflösung durch Schwefelwasserstoffgas als Schwefelmetall niedergeschlagen werden kann, so ist es am besten, durch die mit Wasser verdünnte saure Auflösung der Arsenikverbindung während einer sehr kurzen Zeit Schwefelwasserstoffgas hindurchzuleiten, oder zu derselben etwas Schwefelwasserstoffwasser hinzuzusetzen; es fällt dadurch die geringe Menge von Schwefelkupfer, Schwefelwismuth u. s. w., mit etwas Schwefelarsenik verbunden, nieder. Man filtrirt diese, behandelt sie sogleich mit dem Filtrum mit Königswasser oder mit Salpetersäure, wodurch sie sich auflöst, und wobei etwas Schwefel abgeschieden werden kann, übersättigt die Auflösung mit Ammoniak, und setzt dann Schwefelwasserstoff-Ammoniak hinzu. Schwefelkupfer, Schwefelwismuth u. s. w. bleiben dabei ungelöst, während Schwefelarsenik aufgelöst wird. Diese Auflösung kann man zu der sauren Auflösung setzen, aus welcher durch ferneres Hindurchleiten von Schwefelwasserstoffgas alles Arsenik als Schwefelarsenik gefällt wird.

Zu Seite 301.

Wenn bei der Oxydation eines Schwefelmetalls durch Salpetersäure, oder durch Königswasser der Schwefel sich als eine zusammenhängende Masse von gelber Farbe abgeschieden hat, so ist es nicht nöthig, denselben auf einem gewogenen Filtrum zu filtriren, sondern man braucht nur die Flüssigkeit vom Schwefel abzugießen, und denselben mit vielem Wasser abzuwaschen.

Zu Seite 323.

Soll Schwefelsäure vermittelst der Auflösung eines Baryterdesalzes aus einer neutralen schwefelsauren Auflösung gefällt werden, so ist es gut, die Auflösung durch etwas Chlorwasserstoffsäure sauer zu machen. Enthält die schwefelsaure Auflösung freies Ammoniak, so ist es nöthig, dieselbe durch Chlorwasserstoffsäure zu übersättigen, weil sich sonst nach Hinzufügung der Auflösung des Baryterdesalzes, aufer schwefelsaurer Baryterde, auch nach einiger Zeit kohlensaure Baryterde bilden würde.

Zu Seite 510.

Eine genauere Methode, Chlor vom Brom zu trennen, als die beschriebene, ist folgende von Berzelius angegebene (dessen Lehrbuch, Bd. I. S. 251.): Man sättigt die Auflösung des chlorhaltigen Broms in Wasser vollständig mit Chlorgas. Sollte sich das chlorhaltige Brom in einer salzartigen Flüssigkeit befinden, so destillirt man es mit gehöriger Vorsicht in eine Wasser enthaltende Vorlage ab, sättigt dann das Destillat mit Chlorgas und setzt so viel Kalihydrat hinzu, bis die Flüssigkeit farblos ist. Dabei bildet sich Chlorkalium, nebst chlorsaurem und bromsaurem Kali. Die Lösung wird nun mit salpetersaurem Silberoxyd gefällt, wodurch Chlorsilber und bromsaures Silberoxyd niedergeschlagen werden. Der ausgewaschene Niederschlag wird in einer ver-

korkten Flasche mit Barytwasser macerirt, wodurch sich in der Flüssigkeit bromsaure Baryterde bildet, ohne das Chlorsilber zersetzt wird. Nach Abdampfung des Barytwassers, welches im Ueberschufs angewendet werden mußte, erhält man krystallisirte bromsaure Baryterde, die zur sicheren Befreiung von jeder Spur von Chlorbaryum mit ein wenig gewöhnlichem Weingeist gewaschen werden kann, worauf man sie durch Glühen in Brombaryum verwandeln kann.

Zu Seite 511.

Aus der Auflösung eines auflösliehen Jodmetalles, oder aus einer Auflösung von Jodwasserstoffsäure läßt sich das Jod durch eine Auflösung von salpetersaurem Silberoxyd vollkommen als Jodsilber fällen. Enthält die Auflösung kohlen-saure Salze, so darf man die Auflösung nicht vor dem Zusatz der Silberoxydauflösung durch Salpetersäure sauer machen, sondern erst nach dem Zusatze derselben.

Hat man aus einer Auflösung durch eine Silberoxydauflösung Chlor- und Jodsilber gemeinschaftlich gefällt, so kann man, aufser durch Ammoniak, sich folgender Methode bedienen, um die Menge des Jods darin zu bestimmen: Man süßt den Niederschlag aus, schmilzt ihn auf die gewöhnliche Weise in einem Porcellantiegel und bestimmt das Gewicht desselben. Von dem geschmolzenen Kuchen nimmt man so viel aus dem Tiegel, als man auf die Weise bekommen kann, das man den Tiegel schwach erhitzt, wodurch die Silberverbindung an den Seiten schmilzt, und das Meiste davon durch einen Glasstab herausgeschoben werden kann. Eine gewogene Menge davon legt man in eine Glaskugel, und leitet durch dieselbe trockenes Chlorgas, während man sie erhitzt. Das sich entwickelnde Jod und überschüssige Chlor leitet man vorsichtig in eine concentrirte Auflösung von Natron. Man erwärmt diese, dampft sie etwas ab, und verdünnt sie

mit Alkohol, der Chlornatrium und chlorsauren Natron auflöst, während jodsaures Natron ungelöst bleibt, das mit Alkohol so lange ausgewaschen wird, bis die abfiltrirte Flüssigkeit nicht mehr durch eine salpetersaure Silberoxydauflösung getrübt wird. Das auf dem Filtrum zurückgebliebene jodsaure Natron kann nicht ohne Verlust durch Glühen in Jodnatrium verwandelt werden, weil es dabei Jod verliert. Man löst es in heißem Wasser auf, setzt zu der Auflösung eine Auflösung von schwefelsaurem Eisenoxydul, dann nach einiger Zeit eine Auflösung von salpetersaurem Silberoxyd, und darauf so viel Salpetersäure, daß sich kein metallisches Silber, sondern nur Jodsilber ausscheidet, dessen Gewicht man bestimmt, und daraus das Jod in der ganzen Menge der angewandten Silberverbindung berechnet.

Zu Seite 570.

Besser als eine Auflösung von schwefelsaurem Kupferoxyd wendet man eine Auflösung von Kupferchlorid zur Bestimmung des Schwefels in Mineralwassern an. Das dadurch erhaltene Schwefelkupfer wird durch rauchende Salpetersäure vollständig oxydirt, und in der Auflösung die Schwefelsäure durch die Auflösung eines Baryterdesalzes bestimmt.

Zu Seite 640.

Dumas hat eine Methode angegeben (Poggendorff's Annalen, Bd. XXIX. S. 92.), um bei Analysen stickstoffhaltiger organischer Substanzen den Stickstoffgehalt genauer anzugeben, als bisher. Die Menge des Wasserstoffs und der Kohle wird durch eine besondere Analyse nach der Methode von Liebig gefunden. Zur Bestimmung des Stickstoffgehalts wird die Röhre auf die gewöhnliche Weise eingerichtet; man bringt jedoch an ihr verschlossenes Ende einige Grammen kohlensaures Bleioxyd. Nachdem die Röhre durch die Handluftpumpe

luftleer gemacht worden ist, wird ein Theil des kohlen-
sauren Bleioxyds durch Erhitzung zersetzt, um den Rest
der in der Röhre gebliebenen Luft zu verjagen und durch
Kohlensäure zu ersetzen. Die Röhre wird dann noch-
mals ausgepumpt, wiederum mit Kohlensäure angefüllt,
und dann die Verbrennung wie gewöhnlich bewirkt. Die
Gase werden über Quecksilber aufgefangen, mit einer
Glocke, die eine starke Kalilösung enthält. Ist die Zer-
setzung beendigt, so erhitzt man das kohlen-
saure Bleioxyd aufs neue, und entwickelt daraus eine oder zwei
Liter Kohlensäure, um alles Stickstoffgas aus der Röhre
in die Glocke zu treiben. Durch gehöriges Schütteln
wird die Kohlensäure absorbirt, und es bleibt reines Stick-
stoffgas zurück, das man mit Genauigkeit messen kann.

Es ist hierbei nur die Vorsicht zu beachten, so
viel von der organischen Substanz anzuwenden, dafs man
mindestens dreifsig bis vierzig Cubikcentimeter Stickstoff-
gas erhält.