

## Natrium. (Sodium. Natrium.)

Na = 23.

Charakteristische Kennzeichen.

Ein auf dem frischen Schnitte zinnweisses, weiches, geschmeidiges Metall, im Handel gewöhnlich in Barren oder Abschnitten davon vorkommend und unter Steinöl aufbewahrt, worin es untersinkt, leichter als Wasser (spec. Gew. 0,972), somit darauf aufschwimmend, sich aber gleichzeitig mit grosser Heftigkeit oxydirend, aber ohne Feuererscheinung (nächster wesentlicher Unterschied vom Kalium), welche jedoch auftritt, wenn nicht kaltes, sondern warmes Wasser genommen wird. Die Flamme ist gelb gefärbt (weiterer Unterschied von Kalium). Nach vollendeter Oxydation ist Natriumoxydhydrat (Natronhydrat, Aetzatron) im Wasser gelöst enthalten.

Der letztere Versuch muss mit Vorsicht ausgeführt werden, wegen des zuletzt eintretenden explosionartigen Aufspritzens (vgl. S. 217).

Natrium-amalgam.

Auch mit Quecksilber verbindet sich Natrium unter Feuererscheinung zu festem Natrium-amalgam. Ein solches Amalgam, nahehin 2% Natrium enthaltend, wird in mehreren Fällen als kräftiges Reductionsmittel auf nassem Wege benutzt, so zum Nachweisen des Chloroforms (vgl. d. Art. Chloroformium und Ol. Amygd. aether.), zu Ueberführung von rothem Blutlaugensalz in gelbes (S. 221) u. s. w. Man stellt es zu diesem Zwecke ex tempore dar, indem man in einem trockenen Kelchglase mit ovalem Boden zu einem mit trockenem Fliesspapier gut abgetrockneten Stückchen Natrium von der Grösse einer kleinen Erbse dem Volum nach etwa das dreifache an trockenem Quecksilber zufügt, das Glas mit einem Stück Kartenblatt bedeckt, durch welches ein massiver Glasstab hindurchgesteckt ist, und mit diesem letzteren beide Metalle zusammen knetet. Unter Feuererscheinung geht die Vereinigung vor sich.

## Natrium bromatum.

(Brometum natricum. Natriumbromür, Bromnatrium.)

NaBr = 103.

Erkennung und Prüfung.

Farblose, würfelige, wasserfreie Krystalle, wenn oberhalb 30° C. entstanden, oder wasserhelle, schiefe, rhombische, wasserhaltige Säulen (NaBr 4 HO), wenn bei gewöhnlicher Temperatur auskrystallisirt. In Wasser reichlich löslich; die gesättigte Lösung wird durch starken Weingeist nicht getrübt, durch Chlorwasser gelb gefärbt; wird die gelbe Mischung mit Aether oder Chloroform geschüttelt, so nehmen beide das freigewordene Brom auf und färben sich gelb. Die verdünnte Lösung wird durch Höllensteinlösung gelblichweiss gefällt, der Niederschlag (Bromsilber) wird nicht durch Salpetersäure, wohl aber durch viel Ammoniakflüssigkeit aufgenommen (vgl. S. 218). — 10 Decigramm. des vollkommen entwässerten Salzes in Wasser gelöst, mit reiner Salpetersäure angesäuert und mit Höllensteinlösung gefällt, liefern 18,25 Decigramm. Niederschlag (Bromsilber), erheblich mehr würde auf eine Verunreinigung mit Chlor-natrium deuten, erheblich weniger auf ein anderweitiges durch Silberlösung aus saurer Lösung nicht fällbares Salz.

## Natrium chloratum.

(Chloretum natricum, Sal commune v. culinare, false Natrum muriaticum. Chlornatrium, Natriumchlorür, Kochsalz oder gemeines Salz, fälschlich: salzsaures Natron.)

NaCl = 58,5.

Erkennung und

Kleinere oder grössere, weisse, würfelige Krystalle oder weisses krystallinisches Pulver; auf der Kohle vor dem Löthrohr erhitzt, heftig

verknisternd und die Flamme gelb färbend. In drei Theilen Wasser unter geringer Abkühlung leicht und vollständig löslich zu einer neutralen Flüssigkeit, welche durch eine Auflösung von kohlen saurem Natron nicht getrübt wird und worin auch eine gesättigte Lösung von schwefelsaurer Thonerde weder bald noch nach längerer Zeit einen krystallinischen Niederschlag veranlasst. Wird aber ein Tropfen von der Lösung mit Wasser verdünnt und dazu ein wenig Höllesteinlösung gegeben, so entsteht sofort eine weisse Trübung und ein weisser käsiger Niederschlag; welcher durch Salpetersäure nicht verschwindet, wohl aber durch Salmiakgeist.

Die wässrige Lösung darf im Uebrigen durch Schwefelwasserstoffwasser weder irgendwie getrübt noch gefällt werden, auch durch Chlorwasser keine gelbe Färbung (Unterschied von Bromnatrium) erleiden. Das Kochsalz des Handels giebt mehrentheils beim Vermischen der klaren filtrirten Lösung mit aufgelöstem kohlen sauren Natron entweder bald oder beim Erwärmen eine weisse Trübung, von einer geringen Menge Kalk- und Magnesiumsalzes herrührend. Die farblosen klaren Steinsalzkrystalle (Sal Gemmae) sind sehr reines Chlornatrium.

Prüfung.

Das Kochsalz des Handels entspricht, wie so eben angedeutet, nicht allen vorstehenden Anforderungen, und dessen Gehalt an fremden Salzen (schwefelsaurer Kalk, schwefelsaure Magnesia, schwefelsaures Natron, Chlorcalcium, Chlormagnesium, Chlorkalium) ist nicht immer unbedeutend, besonders was die als Vieh-, Düng- und Fabriksalz bezeichneten Sorten (sogenanntes denaturalisirtes Salz) anlangt. Behufs einer näheren Prüfung, wenn sie erfordert wird, kann man folgendermaassen verfahren:

Prüfung des Kochsalzes.

1. Man übergiesst in einem Setzkolben von passender Grösse 100 Gramme von dem lufttrockenen Salze mit 300 C. C. reinem Wasser, schüttelt bis alles Salz zergangen ist, erhitzt dann bis zum Kochen und stellt hierauf den Kolben möglichst geneigt auf einen Strohkranz. Nach 24 Stunden wird die klare Flüssigkeit (a) in einen andern ähnlichen Kolben abgegossen, den Bodensatz sammelt man in einem doppelten Filter von je gleicher Schwere, süsst nach Abfluss aller Flüssigkeit den Inhalt mit 50 C. C. Wasser aus, trocknet dann scharf und wägt.

Dieser ungelöste Rückstand beträgt bei den besseren Sorten Speisesalzes kaum  $\frac{1}{10}\%$ , besteht dann wesentlich aus schlammiger Erde, Staubtheilen u. dgl., enthält aber auch zuweilen bei gewissen Salzsorten (so beim Stassfurter Salz) Gyps in krystallinischen Bruchstückchen, was leicht mittelst der Lupe erkannt werden kann. Bei den geringern Sorten (besonders bei dem Vieh- und Düngsalze) beträgt der ungelöste Rückstand weit mehr, auch können dessen Gemengtheile sehr verschiedener Art sein (gemahlener Gyps, Thon, Eisenoxyd, Ocker, kohlen saurer Kalk, Kohlenpulver, Wermuthpulver, Heuabfälle).

2. Die abgegossene Flüssigkeit a., nebst der Aussüßflüssigkeit, wird zum Kochen gebracht, allmählig von einer Auflösung von kohlen saurem Natron bis zur schwach alkalischen Reaction hinzugefügt, das Sieden noch eine kurze Weile unterhalten und mit der trüben Flüssigkeit wie im Vorhergehenden verfahren, d. h. man lässt den Niederschlag absetzen, giesst die klare Flüssigkeit (b) ab, sammelt den Niederschlag in einem Filter, süsst aus und trocknet. Dieser Niederschlag ist weiss, beträgt bei den besseren Sorten Speisesalzes höchstens  $1\frac{1}{4}\%$  und besteht unter normalen Verhältnissen ausschliesslich aus kohlen saurem Kalk und kohlen saurer Magnesia, welche ursprünglich theils als schwefelsaure Salze, theils als Chlorcalcium und Chlormagnesium in dem Salze enthalten waren und in in letzterer Form wesentlich dessen Hygroskopität bedingen.

Man bringt den erwähnten Niederschlag in eine tarirte Platinschaale, giebt etwas Wasser auf, erwärmt und fügt tropfenweise von einer abgewogenen Menge officineller reiner Salzsäure (spec. Gew. = 1,124 bei 15° C.) hinzu, bis alles gelöst ist und die Lösung eine schwach saure Reaction zeigt. Man setzt darauf reichlich doppelt soviel officinelle verdünnte reine Schwefelsäure (spec. Gew. = 1,115 bei

Prüfung des  
Kochsalzes.

15° C.), als an Salzsäure verbraucht worden, hinzu, lässt an einem passenden Orte, wo die sauren Dämpfe nicht lästig fallen, eintrocknen, legt ein Stückchen kohlen-saures Ammon in die Schaale, erhitzt allmählig bis zum schwachen Glühen, um alle überschüssige Schwefelsäure auszutreiben, lässt dann erkalten und wägt die Platin-schaale von Neuem. Das Mehrgewicht entspricht dem Gesamtgewichte des rückstän-digen Gemenges aus schwefelsaurem Kalk und schwefelsaurer Magnesia. Man nimmt nun diesen Rückstand mit gesättigtem Gypswasser auf, wobei die schwefelsaure Magnesia gelöst wird, der schwefelsaure Kalk aber ungelöst bleibt. Man sammelt letz-teren in einen Filter, süsst mit Gypswasser aus, trocknet, glüht und wägt. Das Gewicht ergiebt die Menge des schwefelsauren Kalks, die Differenz die schwefelsaure Magnesia. Das Gewicht dieser letztern ergiebt durch Division mit 3 die ent-sprechende Menge reiner Magnesia, durch Multiplication mit 0,8 die entsprechende Menge Chlormagnesium. Das Gewicht des schwefelsauren Kalks ergiebt durch Division mit 2,43 die entsprechende Menge reinen Kalks, durch Multiplication mit 2,775 die entsprechende Menge Chlorcalciums.

3. Die bei der vorhergehenden Operation gewonnene schwach alkalische Flüssigkeit b. wird durch Zusatz von Wasser auf 400 C. C. gebracht. 200 C. C. davon (= 50 Grmm. Kochsalz) werden in ein Becherglas abgegossen, zum Sieden gebracht, hierauf mit Salzsäure angesäuert und mit Chlorbaryumlösung ausgefällt. Man lässt absetzen, giesst ab, sammelt den Niederschlag in einem tarirten, dann genässten Filter, süsst aus, trocknet scharf und wägt. Das gefundene Gewicht, doppelt genommen, ergiebt durch Division mit 2,912 die entsprechende Menge Schwefelsäure, durch Division mit 1,636 die entsprechende Menge wasserleeren schwefelsauren Natrons, welches in 100 Grmm. des Salzes enthalten ist. Es be-trägt in gutem Soolsalz selten bis  $\frac{1}{10}\%$ , mehrentheils viel weniger, in Seesalz dagegen bis  $\frac{1}{2}\%$ . Viel grösser (bis 5%) ist aber natürlicher Weise dieser Betrag in dem durch calcinirtes Glaubersalz denaturalisirten Fabriksalze.

4. Die im Vorhergehenden (3) gewonnene schwefelsäurefreie Flüssigkeit wird abermals zum Sieden erhitzt und behufs der Entfernung des im Ueberschuss zu-gesetzten Baryumsalzes durch kohlen-saures Natrum alkalisch gemacht, dann ab-setzen gelassen, abgegossen und das letzte abfiltrirt. Das Filtrat wird durch tropfenweisen Zusatz von Salzsäure sehr schwach angesäuert, dann in demselben Becherglase bis auf etwa 150 C. C. abdunsten gelassen und endlich nach dem Erkalten mit dem doppelten Volum Weingeist von 90–95% vermischt. Man stellt durch 24 Stunden ruhig bei Seite, giesst und filtrirt von dem abgeschiedenen Chlornatrium ab, fügt zu dem Filtrate Platinchloridlösung bis zur dauernden gelb-lichen Färbung und stellt das Gefäss abermals durch 24 Stunden bei Seite. Be-trägt der Gehalt des fraglichen Kochsalzes an Chlorkalium mindestens  $\frac{1}{2}\%$  und darüber, so hat sich während der Zeit ein gelber krystallinischer Niederschlag von Kalium-Platinchlorid ( $KCl, PtCl^2 = 244,5$ ) am Boden des Gefässes angesammelt. Man giesst die klare Flüssigkeit, welche jedenfalls noch deutlich gefärbt erscheinen muss, von dem Niederschlage, wenn ein solcher entstanden, ab, sammelt denselben in einem doppelten Filter von je gleichem Gewichte, süsst mit rectificirtem Wein-geist aus, trocknet und wägt. Das Gewicht doppelt genommen und dann durch 3,282 getheilt ergiebt die entsprechende Menge Chlorkalium in 100 Grammen des fraglichen Salzes.

(Um das in der Flüssigkeit zurückgebliebene überschüssige Platin wieder zu gewinnen, giebt man zu dieser etwas von einer weingeistigen Chlorkaliumlösung zu, sammelt nach 24 Stunden den Niederschlag in einem Filter, lässt trocken werden und bewahrt zu gelegentlicher Reduction auf. Zu letzterem Behufe wird das Kalium-Platinchlorid in einen kleinen Platin-tiegel mit etwas Kleesäurelösung übergossen, eintrocknen gelassen und der Rückstand all-mählig bis zum Glühen erhitzt. Es bleibt ein Gemenge von Chlorkalium und metallischem Platin zurück, welche durch Wasser von einander geschieden werden können.)

(Die Kochsalzlösung unmittelbar, sowohl vor als auch nach Ausfällung eines grossen Theils des Chlornatriums durch Weingeist und Wiederentfernung des letztern durch Ab-dunsten, mit einer Auflösung von saurem weinsauren Natron auf Chlorkalium zu prüfen, ist nicht angemessen, weil in Folge der verminderten Löslichkeit des weinsauren Natronsalzes in einer Kochsalzlösung auch saures weinsaures Natron ausgefällt werden kann.)

5. Die übrigen 200 C. C. von der alkalischen Kochsalzlösung (3) werden durch etwas reine Salzsäure angesäuert, darauf Schwefelwasserstoffgas bis zur

Sättigung eingeleitet und das Ganze nun wohl bedeckt durch 24 Stunden bei Seite gestellt. Ist im Verlaufe dieser Zeit eine andere als eine weisse Trübung (von ausgeschiedenem Schwefel aus dem Reagens) und wohl auch ein farbiger Absatz entstanden, so ist es jedenfalls rätlich, diesen auf Arsen zu prüfen (vgl. S. 13).

Prüfung des Kochsalzes.

6. Nach allen diesen Prüfungen erübrigt es noch, den Wassergehalt des lufttrockenen Salzes festzustellen, welcher je nach der Aufbewahrungsweise und dem geringeren oder grösseren Gehalte an hygroskopischen Salzen zwischen 2 und 6% wechseln kann. Zu diesem Behufe werden 10 Gramme von dem Salze in einem tarirten Becherglase abgewogen, letzteres, mit weissem Fliesspapier bedeckt, längere Zeit im Luftbade einer allmähig bis auf 110—120° C. gesteigerten Temperatur ausgesetzt, dann, erkaltet, wieder gewogen. Der Gewichtsverlust, mit 10 multiplicirt, ergibt den Wassergehalt in 100 Grmm.

Wenn Veranlassung vorliegt, Kochsalz speciell auch auf Jod- und Bromverbindungen zu prüfen, deren Anwesenheit auf eine Verfälschung desselben mit Salz, welches bei der Verarbeitung von Varesoda oder bei der Salpeterfabrikation aus Natronsalpeter nebenbei gewonnen wird, hinweisen würde (Verfälschungen des Kochsalzes, welche in Frankreich nicht selten vorkommen sollen), so wird solche Prüfung folgendermassen ausgeführt. In eine 18 bis 20 Zoll lange Verdrängungsröhre von  $\frac{1}{2}$ — $\frac{3}{4}$  Zoll innerer Weite, welche unten in eine feine offene Spitze ausgeht oder auch, ohne in eine Verengung auszugehen, mit einem Stöpsel, durch welchen eine enge Röhre eingelassen, versehen ist, wird zunächst ein wenig Baumwolle und darauf das zu prüfende Kochsalz (25, 50 oder 100 Gramme je nach der Capacität der Röhre und der wünschenswerthen Subtilität des Versuchs) eingebracht und durch behutsames Aufklopfen möglichst zusammen gedrängt und zwar so, dass mindestens  $\frac{1}{4}$  der Röhre leer bleibt. Man überdeckt nun die Oberfläche des Salzes mit etwas Baumwolle oder einem Scheibchen weissen Fliesspapiers, bringt die Röhre in feste vertikale Stellung, stellt ein Becherglas unter, fällt dieselbe mit Weingeist von 60—65% (officiner rectificirter Weingeist) und wiederholt nach dem Abflusse das Aufgiessen solchen Weingeistes noch 1—2 mal. Die abgeflossene Flüssigkeit wird verdunsten gelassen, der trockene Rückstand mit etwas Wasser aufgenommen, darauf zunächst verdünnte reine Schwefelsäure bis zur sauren Reaction eingetröpfelt, dann dünne Stärkelösung und endlich mittelst einer Tropfbürette unter Umrühren mit einem Glasstabe Chlorwasser tropfenweise hinzugegeben. Bei Anwesenheit auch der kleinsten Menge von einem Jodalkalimetall färbt sich in letzter Instanz die Mischung blau. Ist nun allein Jod vorhanden, so geht die indigblaue Farbe der Mischung allmähig in eine weinrothe über, welche immer heller roth wird, bis dieselbe endlich ganz verschwindet. Geht aber die blaue Farbe nicht ins Weinrothe über, sondern ins Bräunliche, ins Orange und zuletzt ins Gelbe, so ist gleichzeitig auch Brom gegenwärtig. Bevor man übrigens zu dem soeben beschriebenen Versuche schreitet, kann man vorerst unmittelbar mit einer concentrirten Lösung von dem fraglichen Kochsalz in gleicher Weise verfahren, denn ist der Gehalt desselben an Jodnatrium nicht ein ausserordentlich geringer, wie allerdings mehrentheils der Fall, so tritt wohl auch da schon die Reaction ein.

Prüfung auf Jod- und Bromverbindungen.

Chlornatrium, welches bei der Salpeterfabrikation als Nebenproduct gewonnen worden, kann natürlicher Weise auch salpetersaures Salz enthalten. Man erkennt dies leicht, wenn man (bei Abwesenheit von Jodverbindungen) etwas von dem im Vorhergehenden beim Verdunsten des weingeistigen Auszugs erhaltenen Salzurückstande zunächst in concentrirte Eisenvitriollösung einträgt und dann reine concentrirte Schwefelsäure langsam hinzufliessen lässt — bei Anwesenheit von Salpetersäure erscheint zwischen beiden Flüssigkeitsschichten eine braune Zone. Oder man färbt in einem Reagireylinder etwas dreifach gewässerte reine Schwefelsäure (conc. Schwefelsäure, welche mit dem dritten Theile ihres Gewichtes Wasser verdünnt worden) durch wenig schwefelsaure Indiglösung schwach blau und setzt dann von dem Salze oder dem Salzurückstande hinzu — bei Anwesenheit von Salpetersäure verschwindet die blaue Farbe. — Sehr kleine Spuren von Salpeter werden in ählicher Weise, wie S. 82 bei Prüfung des Wassers angegeben, erkannt.

Prüfung auf Salpeter.

## Natrium iodatum. (Jodetum natricum. Jodnatrium.)

NaJ oder NaJ 4HO

150 — 150+36 = 186.

Erkennung  
und Prüfung.

Weisses, krümeliges Salzpulver, wenn durch Eintrocknen gewonnen, oder wasserfreie würfelige Krystalle, wenn zwischen 40 und 50° C. krystallisiert, oder wasserhaltige, der Länge nach gestreifte, schiefe, rhombische Säulen oder Bruchstücke von solchen, wenn bei gewöhnlicher Temperatur auskrystallisiert. An der Luft leicht feucht werdend und zerfliessend, besonders das wasserhaltige Salz. In Wasser sehr löslich, ebenso auch in Weingeist, daher beim Eintröpfeln von wenig der concentrirten wässerigen Lösung in starken Weingeist keine Trübung stattfinden darf (Abwesenheit von fremden, in Weingeist unlöslichen oder minder löslichen Salzen). Fügt man in einem Reagircylinder zu einem Tropfen von der Lösung einige Tropfen Chlorwasser, so färbt sich die Mischung braun und giebt, wenn dann etwas Chloroform zugesetzt und das Ganze geschüttelt wird, Jod an dieses ab, welches sich dann nach Zusatz von Wasser prachtvoll carmoisinroth gefärbt am Boden ansammelt. Die wässerige Lösung reagirt schwach alkalisch, wird durch aufgelöstes kohlen-saures Natron nicht getrübt, durch eine kalt gesättigte Lösung von saurem weinsäuren Natron nicht gefällt, wohl aber sogleich durch Höllesteinlösung. Der gelblich-weiße Niederschlag (Jodsilber) wird durch Salpetersäure nicht gelöst und ebenso auch nicht oder doch nur sehr unbedeutend durch Aetzammoniakflüssigkeit. Wird daher die trübe ammoniakalische Mischung filtrirt und das Filtrat mit Salpetersäure angesäuert, so darf nur eine sehr unbedeutende weisse Trübung sich zeigen (Abwesenheit von Chlor- und Bromnatrium). Behufs der Prüfung auf salpetersaures Natron, welches durch Weingeist nicht ausgefällt werden kann, da es darin nicht unbedeutend löslich ist, zerreibt man 10 Decigramm. des fraglichen trockenen Salzes mit 12 Decigrammen schwefelsauren Silberoxyds und Wasser innig zusammen, filtrirt und prüft das Filtrat in bekannter Weise mit Eisenvitriollösung und reiner concentrirter Schwefelsäure (vgl. S. 223). Hat man das bei dieser Prüfung gewonnene Jodsilber in einem tarirten Filter gesammelt, dann mit heissem Wasser so lange ausgesüsst, bis das Abfliessende durch verdünnte Salzsäure nicht mehr getrübt wird, hierauf scharf getrocknet, so muss dessen Gewicht reichlich 15 Decigramme betragen.

## Natrium sulfuratum.

(Sulfuretum natricum s. sodicum, Hepar Sulfuris natronatum. Schwefelnatrium, Natronschwefelleber.)

Rohes  
Schwefel-  
natrium.

Natronschwefelleber ist nur allein von der Ph. Gall. unter den Namen Sulfure de Sodium, Trisulfure de Sodium impur aufgenommen worden und soll bereitet werden durch Zusammenschmelzen von 14 Th. wasserleerem kohlen-sauren Natron und 10 Th. Schwefel<sup>\*)</sup>. Es ist hierzu eine stärkere Hitze als bei Anwendung von kohlen-saurem Kali erforderlich, das Schmelzproduct enthält daher neben Dreifach-Schwefelnatrium nur noch schwefelsaures Natron, ist übrigens im äussern Ansehen der Kalischwefelleber gleich, verhält sich auch gegen Wasser und verdünnte Säuren ähnlich.

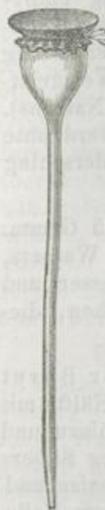
<sup>\*)</sup> Diese Gewichtsverhältnisse entsprechen sehr nahe den stöchiometrischen Verhältnissen von 4NaOCO<sup>2</sup> (= 212) auf 10S (= 160) und der Vorgang ist bei der erforderlichen hohen

Temperatur  $4\text{NaO CO}_2 + 10\text{S} = 4\text{CO}_2 + (\text{NaO SO}_3 + 3\text{NaS}^2)$ . Da Anfangs immer etwas Schwefel verflüchtigt wird, so dürfte die Anwendung eines geringen Ueberschusses nicht unzweckmässig sein, also etwa 11 Gewichtsth. anstatt 10. Der Gebrauch von eisernen Schmelzgefässen, welcher bei Bereitung der Kalischwefelleber wohl vorkommt, ist jedoch hier ganz ausgeschlossen. Dieselben würden sehr schnell der Zerstörung unterliegen, auch viel Schwefel-eisen in das Product übergehen, welches dann beim Auflösen der letztern in Wasser krystall-nisch sich abscheidet.

Die Ph. Gall. hat ausserdem noch aufgenommen

a. Krystallisirtes Einfach-Schwefelnatrium (Sulfuretum sodicum crystallisatum, Monosulfure de Sodium crystallisé)  $\text{NaS} \cdot 9\text{HO} = 120$ .

Fig. 22.



Um diese Verbindung darzustellen, bringt man in eine etwas weitmündige Flasche eine beliebige Menge Aetznatronlauge von 1,33 spec. Gew., stellt die Flasche in eine Schaaale, worin Wasser von  $50-60^\circ\text{C}$ . Temperatur enthalten ist und lässt nun langsam Schwefelwasserstoffgas so lange einströmen (vgl. Chem. Apothekerb. S. 114. Fig. 59), bis ein wenig von der mittelst einer Pipette (Fig. 22) herausgenommenen Flüssigkeit in eine verdünnte Lösung von Manganchlorür gebracht gleichzeitig mit einem blässröthlichen Niederschlag auch Schwefelwasserstoff, durch den Geruch erkennbar, ausgiebt. Man unterbricht nun die Gaszuführung, verschliesst das Gefäss luftdicht mit feuchter Blase oder feuchtem Pergamentpapier und stellt das Ganze zum langsamen Erkalten durch 24 Stunden bei Seite. Nach Verlauf dieser Zeit werden die entstandenen Krystalle in einem Trichter gesammelt, gut abtropfen gelassen und darauf in einem weitmündigen Gefässe mit gut schliessendem Glasstöpsel, welcher mit geschmolzenem Paraffin überstrichen ist, verwahrt. — Es sind farblose oder fast farblose, frisch bereitet durchsichtige und stark glänzende Krystalle (Quadrat-octaeder), im Wasser unter starker Abkühlung reichlich löslich, ebenso auch in erwärmtem rectificirten Weingeist. Die verdünnte wässrige Lösung giebt mit Manganchlorürlösung einen blässfleischfarbenen Niederschlag von Schwefelmangan ohne gleichzeitige Entwicklung von Schwefelwasserstoff, erzeugt in Lösungen von Kalksalzen einen weissen Niederschlag von Kalkhydrat, ebenso in Magnesiumsalzlösungen. Die überstehende Flüssigkeit enthält nun zugleich mit dem entstandenen Natronsalze Natriumsulphhydrat und giebt daher beim Zusammenbringen

mit Manganchlorürlösung Schwefelwasserstoffgas aus (J. Pelouse in Zeitschrift für analyt. Chemie, B. VI. S. 219). — Reine Natriumsulphhydratlösung wird erhalten durch Einleiten von Schwefelwasserstoffgas in eine wässrige verdünnte Lösung von Aetznatron bis zur Sättigung, d. h. bis die Flüssigkeit Bittersalzlösung nicht mehr fällt.

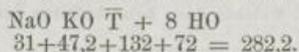
b. Aufgelöstes Fünffach-Schwefelnatrium (Quinti-sulfuretum sodicum solutum, Quintisulfure de Sodium en solution)  $\text{NaS}^5 + x\text{Aq}$ . Es soll bereitet werden durch Kochen von 13 Gewichtsth. sublimirtem Schwefel mit einer Auflösung von 24 Gewichtsth. des vorhergehenden Salzes in 20 Gewth. Wasser, Erkaltenlassen und Filtriren. Das spec. Gewicht soll = 1,14 sein; die Flüssigkeit enthält nahehin  $\frac{1}{2}$  ihres Gewichts an Fünffach-Schwefelnatrium. — Natürlicher Weise kann anstatt der Lösung der Krystalle auch die von diesem letztern abgessene Mutterlauge benutzt werden. Man hat in solchem Falle nur darauf zu sehen, dass Schwefel ungelöst zurückbleibe und vor dem Filtriren das spec. Gew. durch Zusatz von Wasser regulirt sei. Im Uebrigen giebt dieselbe Pharmakopöe auch zu, dass in solchen Fällen, wo die Anwesenheit von unterschwefligsaurem Natron nicht hinderlich, das Präparat auch unmittelbar durch Behandlung von Schwefel mit der dreifachen Menge Aetznatronlauge von 1,33 bereitet werde. Das specifische Gewicht einer in dieser Weise erhaltenen Lösung zeigt nach Angabe der Ph. Gall. ein spec. Gew. = 1,41; der Gehalt an Fünffach-Schwefelnatrium ist aber derselbe. Diese letztere Lösung wird durch Weingeist gefüllt (unterschwefligsaures Natron).

Reines  
Schwefel-  
natrium.

Fünffach-  
Schwefel-  
natrium.

## Natro-Kali tartaricum.

(Tartras natrico-kalicus, Tartarus natronatus, Sal polychrestum *Seignetti*. Weinsaures Kali-Natron, Seignette-Salz.)



Erkennung  
und

Farblose, mehr oder weniger grosse, wasserklare Krystalle, Krystalldrusen oder Bruchstücke von solchen oder sehr weisses Pulver; beim Erhitzen einer kleinen Probe auf Platinblech oder in einem kleinen dünnen Porzellanschälchen, zunächst schmelzend, dann unter Entwicklung empyreumatischer Dämpfe verkohlend und einen kohligen Rückstand zurücklassend, welcher befeuchtetes Curcumapapier bräunt und wovon ein wenig auf dem Oehre des Platindraths innerhalb der Flamme einer Weingeistlampe gehalten dieser eine gelbe Farbe ertheilt (Nachweis des Natrons). In Wasser leicht löslich zu einer neutralen Flüssigkeit, worin verdünnte Essigsäure oder Salzsäure bald einen weissen krystallinischen Niederschlag veranlasst (Nachweis des Kali's und auch der Weinsäure).

Prüfung.

a. Wasser: man übergiesst in einem Setzkölbchen 10—15 Grmm. von dem zerriebenen Salze mit der 3fachen Menge destillirten Wassers, erwärmt etwas durch Eintauchen des Gefässes in heisses Wasser und schüttelt — die Lösung muss leicht und vollständig vor sich gehen, dieselbe auch gegen Reagenspapiere neutral reagiren.

b. Salpetersaures Silberoxyd und salpetersaurer Baryt (oder Chlorbaryum): man giesst zwei Reagirzylinder je zur Hälfte mit reinem Wasser voll, fügt einige Tropfen reine Salpetersäure hinzu und giebt darauf in den einen 1—2 Tropfen aufgelöstes salpetersaures Silberoxyd, in den andern ebensoviel von dem aufgelösten Baryumsalze und tröpfelt dann in beide von der Lösung (a) des Salzes — in keinem Falle darf alsbald eine Trübung eintreten, welche im ersten Falle auf die Anwesenheit eines Chlormetalle, im zweiten auf die Anwesenheit eines Schwefelsäuresalzes hinweisen würde (eine geringe Opalisierung ist übrigens für die medicinische Anwendung ohne Belang).

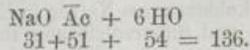
c. Schwefelwasserstoff: man giebt zu dem Reste der Lösung im Setzkolben ein gleiches Volum oder auch mehr guten Schwefelwasserstoffwassers — es darf auch nach längerer Zeit keine farbige Trübung eintreten, welche auf die Anwesenheit eines Schwermetalloxyds (Kupferoxyd, Bleioxyd) hinweisen würde.

Kohlen-  
saurer Kali-  
Natron.

Wird reiner Natronweinstein nach vorgängiger vollständiger Entwässerung in einem eisernen Tiegel verkohlt, der kohlige Rückstand mit Wasser ausgezogen und die filtrirte alkalische Flüssigkeit in einer Silberschaale zur Trockene verdunstet, so besteht der weisse Rückstand aus kohlen-saurem Kali und kohlen-saurem Natron zu gleichen Aequivalenten. Diese Mischung (Natro-Kali carbonicum) hat einen weit niedrigeren Schmelzpunkt als ihre beiden Bestandtheile und wird aus diesem Grunde zum Aufschliessen unlöslicher Verbindungen auf trockenem Wege vielfach benutzt. Sie hat auch den Vorzug, dass sie leicht frei von anderweitigen Einmengungen gewonnen werden kann, was mit dem kohlen-sauren Kali allein nicht der Fall ist.

## Natrium aceticum.

(Acetas natrius s. sodicus, Terra foliata Tartari crystallisata. Essigsäures Natron.)



Farblose, durchscheinende, säulenförmige Krystalle, gewöhnlich etwas feucht erscheinend oder, wenn entwässert und gepulvert, sehr weisses lockeres Pulver; auf Platinblech oder in einem dünnen Porzellanschälchen erhitzt, zunächst schmelzend, dann nach Abgabe des Wassers unter Entwicklung empyreumatischer Dämpfe verkohlend und einen alkalischen Rückstand hinterlassend, wovon etwas auf dem Oehre des Platindraths in die Weingeistflamme gehalten dieser eine gelbe Färbung ertheilt. In Wasser reichlich löslich zu einer neutralen oder doch fast neutralen Flüssigkeit, welche in höchstrectificirten Weingeist geträpelt keine Trübung erfährt, ebenso auch nicht durch aufgelöstes kohlen-saures Natron und durch eine kalt gesättigte Auflösung von saurem weinsäurem Natron, welche aber beim Zusatze von Eisenchlorid- oder schwefelsaurer Eisenoxydlösung roth gefärbt wird (Nachweis der Essigsäure). Etwas von dem trockenen Salze in ein Gemisch aus gleichen Theilen starken Weingeistes und concentrirter Schwefelsäure eingetragen und gelind erwärmt entwickelt den Geruch nach Essigäther (weiterer Nachweis der Essigsäure und wesentlicher Unterschied von ameisen-säurem Natron).

Erkennung  
und

a. Wasser: man übergiesst in einem kleinen Setzkolben etwa 10 Grmm. von dem krystallisirten Salze mit der doppelten Menge reinen Wassers (bei Prüfung des gepulverten Salzes nimmt man die dreifache Menge Wassers), erwärmt gelinde durch Eintauchen des Gefässes in heisses Wasser und schüttelt — die Lösung muss vollständig vor sich gehen, neutral oder fast neutral reagieren und sich gegen kohlen-saures und saures weinsäures Natron wie oben angegeben verhalten.

Prüfung.

b. Salpetersäures Silberoxyd und salpetersaurer Baryt (oder Chlorbaryum): man giebt in je einen Reagircylinder wenige Tropfen von der Lösung der genannten Reagentien, darauf in jeden Cylinder einige Tropfen reine Salpetersäure, verdünnt mit etwas destillirtem Wasser und lässt von obiger Lösung (a) in beide Flüssigkeiten etwas einfließen — es darf in keinem Falle (bei völliger Abwesenheit von Schwefelsäure- und Salzsäuresalzen) eine weisse Trübung eintreten. Mehrentheils findet aber doch eine geringe Reaction der Art statt, in Folge vorhandener geringer Spuren der genannten fremden Salze. Für die medicinische Anwendung ist dieses ohne Belang. — Wenn in der silberhaltigen Flüssigkeit zunächst eine weisse Trübung eintritt, welche aber allmählig in schwarz übergeht, so deutet dies auf die Anwesenheit von unterschwefel-säurem Salze.

c. Schwefelwasserstoff: man giebt zu dem übrigen Theile von der wässrigen Lösung des Präparats in dem Setzkolben ein gleiches Volum oder auch mehr guten Schwefelwasserstoffwassers — die Mischung muss ungetrübt bleiben und auch nach längerer Zeit kein Niederschlag sich einstellen (Abwesenheit metallischer Verunreinigungen).

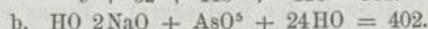
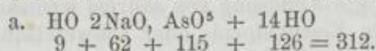
Das im Handel unter dem Namen Rothsatz (mit welchem Namen übrigens zuweilen auch eine durch Eisenoxyd röthlich gefärbte rohe Potasche bezeichnet

*Rohes essig-  
saurer  
Natron.*

wird) vorkommende rohe essigsaurer Natron enthält nicht selten nicht unerhebliche Mengen von Chlornatrium, schwefelsaurem und wohl auch unterschwefeligsaurer Natron. Die Lösung in der doppelten Menge des Wassers wird in solchem Falle beim Eintröpfeln in höchst rectificirten Weingeist nicht unbedeutend getrübt und nicht selten auch durch kohlensaures Natron in Folge vorhandenen Kalksalzes. Die Reactionen durch Baryt- und Silbersalzlösung sind natürlicher Weise mehrentheils ziemlich beträchtlich. Nimmt der Silberniederschlag allmählig eine graue oder schwärzliche Farbe an, so deutet dieses, wie schon erwähnt, auf unterschwefeligsaurer Salz, welche letztere Verunreinigung ausserdem noch daran erkannt wird, dass die zunächst mit etwas Essig angesäuerte, darauf mit dünnem Stärkekleister vermischte Lösung des Salzes beim Hinzutröpfeln von verdünnter Jodlösung nicht sofort gebläuet wird. Je mehr von der Jodlösung zugesetzt werden kann, bevor die Reaction eintritt, desto grösser ist der Gehalt an unterschwefeligsaurer Salze. — Die Silberreaction ist ganz besonders zu beachten, wenn das Salz zur Darstellung von Essigsäure benutzt werden soll.

### Natrium arsenicum.

(Arsenias natrius s. Sodae. Arsensaures Natron.)



Erkennung.

Farblose Krystalle, bei gewöhnlicher Temperatur nicht verwitternd (das Salz a.) oder unter Verlust von etwas über 22 % (10 Aeq.) Wasser zu einem weissen Mehle verwitternd (das Salz b.). Weiter, bis etwas oberhalb des Siedepunkts des Wassers erwärmt, verlieren beide Salze, das unverwitterte und das verwitterte, alles Krystallwasser, und es bleibt die Verbindung  $\text{HO } 2\text{NaO, AsO}^5 = 186$  zurück. — Die wässrige Lösung reagirt schwach alkalisch, giebt mit Höllesteinlösung einen ziegelrothen Niederschlag, wird durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert, weder vor noch nach dem Zusatze von Chlorwasserstoffsäure. Wird aber die letztere Mischung erwärmt, durch Eintauchen des Cylinders in heisses Wasser, so findet allmählig eine Trübung statt, anfangs weiss (Schwefel), dann gelb (Schwefelarsen).

Bereitung.

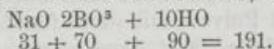
Für pharmaceutische Laboratorien sind die von Ph. Gall. und Brit. (andere Pharmakopöen haben das Präparat nicht aufgenommen, vgl. S. 196) beschriebenen Bereitungsweisen nicht anwendbar. Ueberhaupt geschieht letztere am einfachsten, indem zu einer wässrigen Lösung von Arsensäure kohlensaures Natron in geringem Ueberschusse zugesetzt, die gewonnene Flüssigkeit dann durch Abdunsten zweckmässig concentrirt und endlich an einem kühlen Orte zum Erkalten hingestellt wird. Die entstandenen Krystalle gehören dem Salz b. an (obwohl Ph. Gall. und Brit. als vorherrschend das Salz a. angegeben); sie werden durch Auflösen in wenig Wasser und Umkrystallisiren von anhängendem kohlensauren Natron gereinigt. Die Krystalle des Salzes a. entstehen nur, wenn die Krystallisation bei einer Temperatur zwischen 20—30° C. vor sich geht. — Der weisse Rückstand, welchen beide Salze zurücklassen, wenn sie längere Zeit einer Temperatur über dem Siedepunkt des Wassers ausgesetzt werden, hat, wie schon erwähnt, die gleiche Zusammensetzung und enthält in 100 Th. 61,82 % Arsensäure.

Im Handel kommt auch ein rohes arsensaures Natron (Natrium arsenicum crudum) vor. Es ist die rohe krystallinische Salzmasse, welche man unmittelbar durch Erhitzen (Brennen) eines Gemenges arseniger Säure, Natronsalpeter und trockener Soda in den angemessenen Verhältnissen (20; 17; 11 Ph. Brit.) oder auch von arseniger Säure und Natronsalpeter allein (35 und 90 nach Streng) erhält. Diese Masse besteht wesentlich aus arsensaurem Natron, enthält aber mehrentheils (die erstere) Ueberreste von kohlensaurem Natron, salpetrigsaurem Natron und arseniger Säure. Die wässrige Lösung braust daher beim Zusatze

von verdünnter Schwefelsäure in Uebermaass auf, färbt sich dann beim weitem Zufügen von Eisenchlorürlösung dunkel, und giebt, nachdem durch verdünnte Schwefelsäure und gelindes Erwärmen die salpetrige Säure ausgetrieben, mit Schwefelwasserstoffwasser mehrentheils einen gelben Niederschlag von Schwefelarsen, in Folge des Rückhaltes an arseniger Säure.

Natrum biboricum.

(Natrum boracicum, Boras s. Biboras natricus s. sodicus, Borax. Borsaures Natron, Borax.)



Weisse, harte, gewöhnlich oberflächlich etwas verwiterte Krystalle oder Bruchstücke von solchen, oder ein weisses Pulver. Auf dem Oehre des Platindraths über der Weingeistflamme erhitzt zu einer mannigfaltig sich windenden Masse sich aufblähend und endlich zu einem farblosen Glase schmelzend. Wird etwas von dem Pulver auf Platinblech oder in einem flachen Porzellanschälchen zunächst mit wenig verdünnter Schwefelsäure angerührt, darauf höchstrectificirter Weingeist hinzugegeben und angezündet, so erscheint die Flamme am Saume grün gefärbt und zwar besonders deutlich kurz vor dem Verlöschen (Nachweis der Borsäure).

Erkennung  
und

a. Wasser: man übergiesst in einem Setzkolben etwa 10 Grmm. von dem Pulver oder von den zerriebenen Krystallen mit der 12fachen Menge reinen Wassers, erwärmt gelinde, durch Eintauchen des Gefässes in heisses Wasser, und schüttelt — die Auflösung muss vollständig vor sich gehen. Die Flüssigkeit bräunt Curcumapapier, giebt aber beim Eintröpfeln in Salzsäure keine Gasblasen aus und veranlasst in einer Auflösung von kohlen-saurem Natron keine Trübung.

Prüfung.

b. Salpetersaures Silberoxyd: man giebt etwas von der vorstehenden Lösung (a) in einen Reagircylinder, fügt einige Tropfen reine Salpetersäure hinzu und darauf von der Auflösung des Reagens — es darf keine Trübung eintreten.

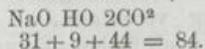
c. Chlorbaryum: man verfährt wie im Vorhergehenden — der Erfolg muss derselbe sein.

d. Ammoniakalische Bittersalzlösung: man giebt etwas von der obigen wässerigen Lösung in einen Reagircylinder und darauf nahehin ein gleiches Volum von dem Reagens — die Mischung darf keine Trübung wahrnehmen lassen (Abwesenheit von Phosphorsäure- und Arsensäuresalz).

e. Schwefelwasserstoff: man vermischt den übrigen grössern Antheil von der wässerigen Lösung mit dem gleichen Volum oder mehr guten Schwefelwasserstoffwassers — es darf weder unmittelbar noch bei nachherigem Ansäuern mit reiner Salzsäure eine Trübung oder Fällung eintreten (Abwesenheit von Schwermetallen).

Natrum bicarbonicum.

(Bicarbonas natricus, Natrum carbonicum acidulum, Natrium hydro-carbonicum Ph. Austr. Natrumbicarbonat, zweifach-kohlen-saures Natron.)



Zusammenhäufungen von geschobenen vierseitigen Tafeln, oder weisse krystallinische Krusten, oder poröse zusammengebackene krystallinische

Erkennung  
und

Massen, oder sehr weisses Pulver. Wird etwas davon auf dem Oehre des Platindraths in die Weingeistflamme gehalten, so wird es nicht schwarz, färbt aber die Flamme gelb. Als Pulver mit 8—10 Theilen reinen Wassers übergossen und geschüttelt, löst es sich nicht vollständig, wohl aber beim Erwärmen unter Entwicklung von Gasblasen zu einer Flüssigkeit, welche alkalisch reagirt und in einer Auflösung von Weinsäure (1 : 8) getropfelt starkes Aufbrausen, aber keinen Niederschlag veranlasst.

Prüfung.

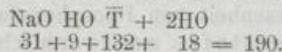
a. Schwefelsaure Magnesia: man übergiesst in einem Kölbchen etwa 4 Grmm. von dem Pulver mit der fünffachen Menge destillirten Wassers, schüttelt eine Weile, lässt dann absetzen und giesst oder filtrirt die klare Flüssigkeit in eine Auflösung von schwefelsaurer Magnesia in der vierfachen Menge Wassers ab — es darf alsbald keine Trübung eintreten — gegenfalls ist übermässig einfachkohlenstoffsaures Salz beigemischt.

b. Salpetersaurer Baryt (oder Chlorbaryum) und salpetersaures Silberoxyd: man spült den ungelösten Rest des Salzes mit etwas reinem Wasser in ein Becherglas ein, fügt behutsam reine Salpetersäure bis zur sauren Reaction hinzu, theilt dann in zwei Portionen und prüft die eine mit Barytsalzlösung, die andere mit Höllesteinlösung — es darf in keinem Falle eine Trübung eintreten oder doch nur eine sehr unbedeutende. Das Gegentheil deutet im ersten Falle auf schwefelsaures Natron, im zweiten Falle auf Chlornatrium. — Entsteht durch Silberlösung zunächst ein weisser Niederschlag, dessen Farbe allmählig in grau und schwärzlich übergeht, so deutet dies auf vorhandenes unterschwefeligsaurer Salz (vgl. S. 197).

c. Schwefelwasserstoff: man übergiesst in einem Kölbchen 4—5 Grmm. von dem Pulver mit der 12fachen Menge guten Schwefelwasserstoffwassers und schüttelt — es darf keine farbige Trübung eintreten, und auch dann nicht, wenn nachträglich behutsam reine Salzsäure bis zur sauren Reaction zugegeben wird (Abwesenheit von Metallen). Eine starke weisse Trübung (Schwefel) in letzterem Falle würde ebenfalls auf unterschwefeligsaurer Salz hinweisen.

### Natrium bitartaricum.

(Bitartras natrius. Saures weinsaures Natron.)



Charakteri-  
stische Kenn-  
zeichen.

Weisses aus feinen nadelförmigen Krystallen bestehendes Pulver, oder auch grössere prismatische Krystalle; auf Platinblech oder in einem dünnen Porzellanschälchen erhitzt unter Verbreitung des Geruchs nach verbrennender Weinsäure verkohlend und einen alkalischen Rückstand hinterlassend, wovon eine kleine Probe auf dem Oehre des Platindraths in die Weingeistflamme gebracht dieser eine gelbe Farbe ertheilt. In einem Reagircyylinder mit der fünfzehnfachen Menge Wasser übergossen und erwärmt, wird es gelöst zu einer Flüssigkeit, welche sauer reagirt, beim Erkalten nichts absetzt und in essigsaurer Kalilösung einen weissen krystallinischen Niederschlag veranlasst. — Die wässrige Lösung darf beim Vermischen mit dem mehrfachen Volum guten Schwefelwasserstoffwassers nicht die mindeste Färbung oder Trübung erfahren.

## Natrium carbonicum.

(Carbonas natriicus s. Sodae. Kohlensaures Natron, Soda.)

a. Wasserleer:  $\text{NaOCO}^2 = 53$ b. krystallisirt:  $\text{NaOCO}^2 10\text{HO} = 143$ .

Farblose, durchscheinende, mehrentheils oberflächlich etwas verwitterte Krystalle (b), oder, wenn mehr oder weniger entwässert und zerfallen, sehr weisses Pulver (a); auf Platinblech oder in einem dünnen Porzellanschälchen erhitzt, die ersteren zunächst in Krystallwasser schmelzend, dann zu einer weissen Masse austrocknend, welche bei stärkerem Erhitzen sich nicht schwärzt, und wovon etwas auf dem Oehre des Platindraths in die Weingeistflamme gehalten, dieser eine gelbe Farbe ertheilt. Krystallisirt oder pulverförmig mit 3 oder 6 Th. Wasser übergossen bei gelindem Erwärmen sich lösend zu einer Flüssigkeit von starker alkalischer Reaction, welche in Weinsäurelösung (1 : 8) getropfelt ein starkes Aufbrausen, aber bei bleibendem Vorwalten der Säure keine Fällung veranlasst (Abwesenheit von Kali).

Erkennung  
und

a. Salpetersaurer Baryt und salpetersaures Silberoxyd: man löst einige Gramme von dem Salze in reinem Wasser auf, versetzt behutsam mit reiner Salpetersäure bis zur schwach sauren Reaction, theilt in zwei Portionen und prüft die eine mit aufgelöstem salpetersauren Baryt (oder Chlorbaryum), die andere mit aufgelöstem salpetersauren Silberoxyde — es darf in dem einen und in dem andern Falle keine (bei Natrium carbonicum purum) oder nur eine geringe Trübung (bei Natrium carbonicum depuratum) eintreten. Eine weisse Trübung durch die Silberlösung, welche allmählig in grau oder schwärzlichgrau übergeht, würde auf einen Gehalt an unterschwefeligsaurer Salz hinweisen (vgl. S. 197).

Prüfung.

b. Schwefelwasserstoff: man löst 40—50 Grmm. von dem Salze in der 4fachen Menge heissen Wassers auf, fügt allmählig reine Chlorwasserstoffsäure bis zur stark sauren Reaction hinzu, lässt längere Zeit Schwefelwasserstoffgas langsam einströmen, während dem man die Lösung auf 60—70° C. erwärmt erhält, und stellt dann das Gefäss (Becherglas oder Setzkolben) wohl bedeckt zum Erkalten durch 12 Stunden und darüber bei Seite. Es darf nach Verlauf dieser Zeit nichts von einem gelben flockigen Niederschlage (Schwefelarsen) sich wahrnehmen lassen (vgl. *Fresenius* in *Zeitschr. für anal. Chemie*. VI. S. 201).

Bei Abwesenheit von Chlornatrium kann die Prüfung auf Arsen auch folgendermaassen geschehen: 50 Grmm. oder mehr von dem fraglichen Salze werden in einer Porzellanschale in der doppelten Menge heissen Wassers gelöst, hierauf zunächst reine verdünnte Schwefelsäure bis zum starken Vorwalten behutsam hinzugefügt, dann noch ein bohnegrosses Stückchen schwefeligsaurer Natron hinzugegeben, durch Umrühren mittelst eines Glasstabes dessen Auflösung beschleunigt und endlich das Gemisch eintrocknen gelassen. Der jedenfalls noch saure Rückstand wird mit ebensoviel officineller reiner Salzsäure, als von dem Salze in Untersuchung genommen, übergossen, alles wohl umgerührt, dann absetzen gelassen und die überstehende Flüssigkeit in einem kleinen Destillirkolben abgegossen. Die Destillation und weitere Prüfung des Destillats geschieht nun in der S. 38 Fig. 9 beschriebenen Weise.

Prüfung  
auf Arsen.

Das im Handel unter dem Namen Sodasalz (mit welchem Namen aber auch zuweilen das krystallinische Salz bezeichnet wird, welches sich aus der übersättigten siedenden Lösung während des Verdampfens ausscheidet und dessen Zusammensetzung den Verhältnissen  $\text{NaOCO}^2 + \text{HO}$  entspricht) vorkommende

Prüfung  
des rohen  
Sodasalzes.

krystallisirte kohlen saure Natron ist minder rein als Natrium carbonicum depuratum, giebt daher nach der Ansäuerung durch Salpetersäure mit Baryum- und Silbersalzlösung stärkere Reactionen, doch immerhin nicht von solichem Belange, dass dadurch dessen Werth für die Industrie (Seifenfabrikation, Bleicherei u. s. w.) erheblich verringert sein könnte, es sei denn, dass den mehr oder weniger zerbröckelten Krystallen betrügerischer Weise Glaubersalz\*) oder Kochsalz untermengt sei. In diesem Falle werden die durch Baryum- und Silbersalzlösung in der durch Salpetersäure angesäuerten Lösung des Gruses (nicht einzelner Krystalle) veranlassten Fällungen allerdings bedeutend sein. Um nun den alkalischen Werth eines solchen unreinen Sodasalzes festzustellen, verfährt man ganz in derselben Weise, wie bei der Prüfung des rohen kohlen sauren Kalis S. 200 angegeben. Man löst zunächst 200 Decigramm. (oder 20 Grmm.) von dem Krystallgrus in der dreifachen Menge oder auch in soviel Wasser auf, dass das Volum des Ganzen 80 C. C. (S. 50, Fig. 11) betrage; sodann wägt man in einem Becherglase 216 Decigramm. (oder 21,6 Grmm.) officinelle reine Salpetersäure von 1,18 spec. Gew. bei 15° C. (somit von 25 % Säuregehalt), verdünnt dieselbe mit nahehin der doppelten Menge heissen Wassers und fügt nun von der alkalischen Lösung unter Umrühren mit einem Glasstabe so lange hinzu, bis blaues Lackmuspapier, mit dem Rührstabe berührt, nicht mehr geröthet wird. Man ermittelt hierauf, welche Gewichtsmenge in Decigrammen ausgedrückt, oder welche Volummenge in Zehntel-C. C. ausgedrückt von der alkalischen Flüssigkeit zur Erreichung dieses Zweckes erforderlich gewesen. Die eine und die andere Grösse durch 4 getheilt ergiebt in Decigrammen die verbrauchte Gewichtsmenge des Krystallgruses, worin genau 143 Decigramm. reinen krystallisirten kohlen sauren Natrons enthalten sind, und diesen entsprechen 53 wasserleeres kohlen saures Natron, 40 Natronhydrat oder Aetznatron und 31 Natriumoxyd oder reines Natron.

\*) Zur Erkennung solcher groben Verfälschung benutzt Hager eine Auflösung von 1–2 Th. Aetzsublimat (Quecksilberchlorid) in 100 Th. Weingeist von 0,845 spec. Gew. Von den fraglichen Sodakrystallen wählt man kleinere Bruchstücke, welche man auf einer flachen Schaal in der Art ausbreitet, dass ein Stückchen von dem andern nahehin  $\frac{1}{2}$  Centim. entfernt liegt, und übergiesst dieselben mit der eben erwähnten Aetzsublimatlösung. In wenigen Augenblicken sieht man die Sodakrystalle sich rothbraun färben, während die Glaubersalzkristalle farblos bleiben. Das Reagens verliert hierbei nicht im Geringsten an Durchsichtigkeit und Farblosigkeit. Man giesst es von den Krystallen in das Vorrathsgefäss zurück, um sie noch einige Male zu demselben Zwecke zu verwenden (Pharm. Centralhalle. 1870, Seite 79).

Prüfung der  
calcinirten  
Soda.

Viel grössere Schwankungen des alkalischen Werthes als das rohe krystallisirte Natron (abgesehen von Verfälschungen) bietet das im Handel unter dem Namen calcinirte Soda vorkommende mehr oder weniger entwässerte pulverförmige kohlen saure Natron dar. Es ist selten vollständig entwässert, vielmehr kann dessen Wassergehalt bis 20 % und wohl noch darüber betragen, ohne sich durch äusseres Ansehen kund zu geben. Ausserdem kann es auch wechselnde, und zwar zuweilen nicht unbeträchtliche, Mengen von theilweise entwässertem schwefelsaurem Natron (Glaubersalz) und Chlornatrium (Kochsalz) enthalten, ferner Aetznatron (welches für die technische Anwendung keinen besondern Nachtheil mit sich führt, mehrentheils sogar vortheilhaft ist und nöthigenfalls daran erkannt werden kann, dass die Lösung solcher Soda, wenn sie mit frischgefälltem und gut ausgewaschenem Zinkoxydhydrat digerirt wird, Zinkoxyd aufnimmt und nach dem Abfiltriren durch Schwefelammonium eine weisse Trübung und Fällung erleidet), Schwefelnatrium und in diesem letzteren Falle auch unterschwefelig- und schwefeligsaurer Salz, endlich unlösliche erdige Beimengungen (z. B. kohlen sauren Kalk). Es ist daher für den Consumenten von calcinirter Soda sehr wichtig, vor deren Ankauf und Verwendung zunächst im Allgemeinen die alkalische Wirksamkeit (a) der Waare und ausserdem auch die Qualität der Beimengungen (b) festzustellen oder feststellen zu lassen. Behufs der Ausführung der ersten Aufgabe (a) kann man ziemlich in gleicher Weise, wie im Vorhergehenden bei Prüfung des krystallisirten Sodasalzes beschrieben ist, verfahren, gleichzeitig aber auch den zweiten Punkt (b) berücksichtigen.

a. Man übergiesst in einem Kölbchen 200 Decigramm. (20 Grmm.) von dem fraglichen Fabrikate mit der dreifachen Menge heissen Wassers, befördert durch Umschütteln die Lösung und filtrirt dann in ein zweites tarirtes Gefäss oder einen

in Zehntel-C. C. getheilten Cylinder. Man spült Kölbchen und Filter mit soviel Wasser nach, dass das Gewicht oder das Volum der gesammten Lösung 100 Grmm. oder 100 C. C. betrage. Andererseits wägt man in einem Becherglase 216 Decigramme reiner Salpetersäure von dem oben angegebenen Gehalt ab, verdünnt mit der doppelten Menge heissen Wassers und giebt von der abgewogenen oder abgemessenen alkalischen Lösung unter Umrühren mit einem Glasstabe so lange hinzu, bis alle saure Reaction verschwunden, d. h. bis ein mit dem Glasstabe berührter Streifen blauen Lackmuspapiers an der Berührungsstelle nicht mehr merklich geröthet wird. Die zur Erreichung dieses Zweckes verbrauchte Gewichts- oder Volummenge (in Decigrammen oder Zehntel-C. C. ausgedrückt) von der Lösung er giebt durch 5 getheilt die in Decigrammen ausgedrückte Gewichtsmenge von der fraglichen Soda, worin 53 Decigrmm. reinen wasserleeren kohlen sauren Natrons enthalten sind.

Im Handel ist es üblich, den Gehalt an kohlen saurem Natron und diesem entsprechenden Aetzatron in 100 Gewth. calcinirter Soda als Grade zu bezeichnen, wobei das als solches vorhandene Aetzatron als kohlen saures Natron in Rechnung gebracht wird. Eine 95grädige Soda z. B. ist eine solche, deren alkalische Wirksamkeit einen Gehalt von 95% reinem kohlen sauren Natron entspricht. Diese Grade durch 1,325 getheilt ergeben zum Quotienten die entsprechende Menge Natronhydrats ( $\text{NaO HO}$ ), durch 1,71 getheilt die entsprechende Menge wasserleeren Natrons ( $\text{NaO}$ ), und mit 2,7 multiplicirt als Product die entsprechende Menge krystallisirten kohlen sauren Natrons. Im englischen Handel beziehen sich die Grade auf reines Natron oder Natriumoxyd, dessen Werth eben durch 1,71 multiplicirt die entsprechende Menge wasserleeren kohlen sauren Natrons ergibt. 47 englische Grade sind daher = 80 deutschen Graden. — Eine abweichende Bedeutung haben die Grade des in Frankreich üblichen Decroizilles'schen Alkalimeters. Diese drücken aus, wieviel Gewichtstheile höchstconcentrirter Schwefelsäure ( $\text{HO SO}_2$ ) von 100 Th. der untersuchten Soda neutralisirt werden, 49<sup>o</sup> Decroizilles würden demnach anzeigen, dass die alkalische Wirksamkeit von 100 Gewichtstheilen der geprüften rohen Soda gleich ist der alkalischen Wirksamkeit von 53 Gewichtstheilen wasserleeren kohlen sauren Natrons. Es lassen sich somit die Decroizilles'schen Grade durch Multiplication mit 1,08 in die gewöhnlich üblicheren umwandeln (vgl. *Dingler's Journ.* B. 194. S. 47).

Bedeutung  
der alkali-  
metrischen  
Grade.

b. Die im Vorhergehenden gewonnene neutrale salpetersaure Flüssigkeit wird durch einen weitem Zusatz von Salpetersäure schwach angesäuert, hierauf im Wasserbade bis zur Trockene verdampfen gelassen und der Rückstand mit reinem Wasser aufgenommen — ein etwaiger unlöslicher Rückstand ist Kieselsäure, welche als lösliches kiesel saures Alkali in der zur Neutralisation von 216 Decigrmm. offic. Salpetersäure verbrauchten Menge von der fraglichen Soda enthalten war. — Die, wenn nöthig, abfiltrirte salpetersaure Lösung wird in drei gleiche Portionen ( $\alpha, \beta, \gamma$ ) getheilt. Die Portion  $\alpha$  wird heiss mit einer Lösung von Chlorbaryum ausgefällt, der Niederschlag in einem vorher genässten Filter gesammelt, vollständig ausgesüsst, dann scharf getrocknet und gewogen. Dessen Gewicht mit 3 multiplicirt und dann durch 1,64 getheilt, ergibt den Gehalt der fraglichen Soda an wasserleerem schwefel sauren Natron in der zur Neutralisation der Salpetersäure verbrauchten Menge der ersteren. — Die Portion  $\beta$  wird in gleicher Weise heiss mit salpetersaurem Silberoxyd ausgefällt. Mit dem Niederschlage wird wie im Vorhergehenden verfahren, jedoch bei möglichstem Ausschlusse des Lichtes. Dessen Gewicht mit 3 multiplicirt und dann durch 2,453 getheilt oder unmittelbar durch 0,818 getheilt, ergibt den Gehalt an Chlornatrium. — Die Portion  $\gamma$  wird mit Aetzammoniak übersättigt, ein hierbei entstehender Niederschlag ist Thonerde. — Der beim Abfiltriren der alkalischen Lösung ( $\alpha$ ) im Filter zurückgebliebene unlösliche Antheil wird von den in 20 Grmm. von der fraglichen Soda enthaltenen unlöslichen Einnengungen ausgemacht, und kann nach vollständigem Austrocknen nöthigen Falls dem Gewichte nach bestimmt und auch weiter der Qualität nach untersucht werden.

Bestimmung  
des  
Schwefel-  
säure- und  
Salzsäure-  
gehalts.

Die calcinirte Soda enthält, wie oben erwähnt, nicht selten Schwefelnatrium und in Folge dessen auch unterschwefelig- und schwefelig saures Salz. Das erstere wird dadurch erkannt, dass man zu einem Theile der übrig gebliebenen alkalischen Lösung etwas von einer verdünnten alkalischen Bleioxydlösung zutröpfelt — es entsteht eine schwärzliche Färbung und allmählig sammelt sich ein Niederschlag von Schwefelblei am Boden des Gefässes. Oder man giebt zu einem Theile der

Erkennung  
des Gehalts  
an Schwefel-  
natrium.

und unter-  
schwefelig-  
saurem  
Natrium.

alkalischen Lösung ein wenig Nitroprussidnatrium — bei Anwesenheit auch nur einer sehr kleinen Spur von Schwefelnatrium färbt sich die Flüssigkeit prachtvoll violett. — Wenn die eine oder die andere Reaction nicht eintritt, folglich Schwefelnatrium nicht vorhanden ist, verfährt man, um, unabhängig davon, die Anwesenheit von unterschwefeligsaurem Salze zu erkennen, folgendermaassen: man verdünnt eine abgewogene oder eine abgemessene Menge von der rückständigen alkalischen Flüssigkeit mit gleichviel Wasser, giebt Essigsäure bis zur schwach sauren Reaction hinzu, darauf etwas Stärkelösung und fügt dann unter Umrühren mit einem Glasstabe aus einer Tropfbürette etwas von einer verdünnten Auflösung von Jod in Jodkaliumlösung (vgl. S. 197) hinzu — bei Abwesenheit von unterschwefeligsaurem, ebenso von schwefeligsaurem Salze entsteht sofort eine blaue Färbung, nicht aber, wenn von den genannten Salzen vorhanden ist. Jemehr in solchem Falle von der Jodlösung hinzugegeben werden muss, bevor blaue Färbung eintritt, desto grösser ist der Betrag dieser Verunreinigungen.

Gilt es die Gegenwart von schwefeligsaurem und unterschwefeligsaurem Alkali neben Schwefelalkalimetall zu erkennen, so versetzt man die wässrige Lösung der fraglichen Soda zunächst mit verdünnter Essigsäure bis zum schwachen Vorwalten dieser letztern, giebt dann aufgelöstes essigsäures Zinkoxyd hinzu, bis alles Schwefelmetall zersetzt ist, filtrirt vom Schwefelzink ab und prüft einen Theil des Filtrats mit verdünnter Höllensteinlösung und Erwärmen auf unterschwefelige Säure (es entsteht allmählig ein schwarzer Niederschlag von Schwefelsilber), — einen andern Theil auf schwefelige Säure, indem man denselben einer mit sehr wenig Nitroprussidnatrium vermischten, relativ reichlichen Menge von aufgelöstem schwefelsauren Zinkoxyd zufügt — bei Anwesenheit von schwefeliger Säure tritt eine rothe Färbung ein (Bödecker).

### Natrium chloratum.

(Natrium hypochlorosum crudum. Chlornatron, rohes unterchlorigsaures Natron.)

Erkennung  
und Prüfung.

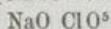
Weisses krümeliges Salzpulver, frisch bereitet aus einem Gemenge von unterchlorigsaurem Natron, Chlornatrium und zweifach-kohlensaurem Natron bestehend, von schwachem eigentümlichen Geruche, in 8 Theilen Wasser vollständig löslich zu einer Flüssigkeit, welche rothes Lackmuspapier zunächst bläuet, dann allmählig bleicht; in verdünnte Salzsäure langsam einfließen gelassen, ruft die Lösung starkes Aufbrausen (Kohlensäure) und Entwicklung von Chlor hervor, welches letztere an der hervortretenden gelblichen Farbe und dem Geruche erkannt wird. Finden beide letzteren Erscheinungen nicht sogleich statt, sondern erst beim Erhitzen des Gemisches, so ist das unterchlorigsaure Salz bereits in chlorsaures Salz übergegangen, auch wird in solchem Falle Lackmuspapier nicht gebleicht, und das Präparat ist überhaupt nicht mehr anwendbar.

Bereitung  
des  
flüssigen  
Präparats.

Das vorstehende Präparat ist in flüssiger Form aufgenommen von Ph. Gall. (Hypochloris sodicus aqua solutus, Hypochlorite de Soude liquide, Ph. Brit. (Liquor Sodae chloratae, Solution of chlorinate Soda) und Ph. Russ. (Natrium hypochlorosum solutum). — Ph. Gall. lässt das Präparat unter Anwendung von Chlorkalk folgendermaassen bereiten: 100 Gewichtstheile Chlorkalk, dessen Gehalt an wirksamem Chlor zuvor mit Genauigkeit ermittelt worden (vgl. S. 116), werden allmählig mit soviel Wasser, dass das Gewicht des letztern das 50fache von dem ermittelten wirksamen Chlor beträgt (also z. B. auf 100 Th. 25procentigen Chlorkalk 1250 Th. Wasser), auf das sorgfältigste zerrieben; die Mischung wird in ein tarirtes Gefäss gesammelt, dazu eine Auflösung von doppelt soviel krystallisirten kohlensauren Natrons, als Chlorkalk genommen, in der vierfachen Menge Wasser und endlich noch soviel Wasser hinzugegeben, als erforderlich, um das Gewicht des Ganzen auf das 100fache vom ermittelten Gehalt an wirksamem Chlor zu bringen (bei angewandtem 25procentigen Chlorkalk also auf 2500 Gewichtstheile). Man stellt das Gefäss wohl verschlossen durch einige Tage bei Seite und zieht dann die klare Flüssigkeit mittelst eines Hebers

ab. Das Präparat enthält unter solchen Verhältnissen nahehin 1% wirksames Chlor, was nachträglich leicht mittelst einer stark angesäuerten Eisenvitriollösung oder auch einer angesäuerten Lösung von arseniger Säure festgestellt werden kann (vgl. a. a. O.). — Ph. Brit. und Russ. lassen das Präparat durch Einleiten von Chlorgas in eine Auflösung von krystallisirtem kohlen-sauren Natron (1:3 Ph. Brit.; 1:4 Ph. Russ.) bis zur Sättigung darstellen.

**Natrium chloricum.** (Chloras natricus. Chlorsaures Natron.)



$$31 + 75,5 = 106,5.$$

Farblose durchsichtige tafelförmige Krystalle, oder Bruchstücke von solchen; auf eine glühende Kohle gestreut Funkensprühen veranlassend; in einem Reagircylinder mit der 2—3fachen Menge Wasser übergossen sich leicht lösend zu einer neutralen Flüssigkeit, welche durch eine Auflösung von kohlen-saurem Natron nicht getrübt wird, mit Salzsäure versetzt nicht braust, sich aber allmähig tiefgrünlichgelb färbt unter Auftreten eines starken chlorähnlichen Geruchs. Die wässrige Lösung erleidet beim Hinzufügen von wässriger schwefeliger Säure keine Färbung, wird auch durch Höllensteinlösung nicht getrübt, oder doch nur sehr unbedeutend (von einer geringen Spur Chlornatrium herrührend).

Charakteristische Kennzeichen.

#### Natrium choleinicum.

(Ein Gemeng aus glycocholalsaurem und taurocholalsaurem Natron.)

Fast weisses oder gelblichweisses Pulver, durch Aufnahme von Feuchtigkeit leicht zusammenbackend; in einem kleinen Porzellantiegel erhitzt, schmilzt es, bläht sich auf, entwickelt Dämpfe von widerlichem Geruche, welche bei Annäherung eines flammenden Körpers sich entzünden und mit stark russender Flamme fortbrennen, worauf eine kohlige Masse zurückbleibt, welche mit Wasser aufgenommen Curcupapier bräunt und beim Eintröpfeln von Nitroprussidnatriumlösung sich violett färbt. In Wasser sehr löslich zu einer Flüssigkeit, welche in Weingeist getropfelt keine Trübung veranlassen darf. Wird zu etwas von der wässrigen Lösung in einem Kelchglase zunächst ein wenig Zucker zugesetzt und darauf reine concentrirte Schwefelsäure langsam einfließen gelassen, so färbt sich die Mischung violettroth.

Charakteristische Kennzeichen.

Mit diesem Präparate, welches durch Fällung der filtrirten Lösung der bis zur Syrupsdicke verdunsteten Ochsen-galle in starkem Weingeist mit Aether und Austrocknen des Niederschlages im Wasserbade gewonnen wird, stimmt sehr nahe das Fel Tauri depuratum siccum Ph. Bor., Austr., Germ. und Brit. überein, auch bietet letzteres dieselben Reactionen dar.

#### Natrium hydricum.

(Hydras natricus s. sodicus, Natrium causticum, Soda caustica. Actznatron, Natronhydrat.)



$$31 + 9 = 40,$$

Weisse undurchsichtige harte Masse von faserigem Gefüge (wenn geschmolzen gewesen), oder weisses krümeliges Pulver (wenn zur Trockene abgedampft, und in solchem Falle noch wasserhaltig). Auf dem Oehre des Platindraths in die Weingeistflamme gehalten schmelzend und der Flamme eine gelbe Farbe ertheilend. In einem Reagircylinder mit der

Erkennung und

*Prüfung.* doppelten bis dreifachen Menge Wasser übergossen wird es unter Erwärmung vollständig gelöst zu einer Flüssigkeit, welche vielem Wasser eine starke alkalische Reaction ertheilt, in etwas von einer verdünnten Lösung von essigsaurem Bleioxyd eine weisse Trübung veranlasst, welche bei weiterem Zusatze der alkalischen Flüssigkeit ohne schwarzen Rückstand wieder verschwindet (Abwesenheit von Schwefelnatrium); ferner zu einer Lösung von Weinsäure in 8 Th. Wasser zugesetzt, so dass die Säure noch stark vorwaltend bleibt, nur geringes Aufbrausen und auch nach längerer Zeit keinen krystallinischen Niederschlag (Abwesenheit von Kali) veranlasst. Beim Eintröpfeln der Lösung in starken Weingeist darf nur eine geringe Trübung entstehen, gegenfalls sind fremde Salze (kohlen-saures und schwefelsaures Natron, Chlornatrium) in überreichlicher Menge vorhanden.

Reines Aetznatron (Natrium causticum s. hydricum purum) darf überhaupt von beiden letztern Salzen, ebenso auch von Kieselsäure nichts enthalten. Um dies zu erkennen, wird etwas von dem Präparate in reinem Wasser gelöst, die Lösung mit reiner Salpetersäure bis zum schwachen Vorwalten der Säure versetzt und von dieser Flüssigkeit in zwei Reagireylinder, von denen der eine etwas stark verdünnte Höllesteinlösung, der andere etwas stark verdünnte Chlorbaryumlösung enthält, getropft — in keinem Falle darf eine Trübung eintreten. Der übrige grössere Theil der salpetersauren Flüssigkeit wird in einem Porzellanschälchen bis zur Trockene verdunstet und der Rückstand mit reinem Wasser aufgenommen. Die Lösung muss vollkommen klar erfolgen — ein weisser Rückstand würde auf Kieselsäuregehalt hinweisen.

*Prüfung des rohen Aetznatrons.*

Das im Grosshandel vorkommende rohe Aetznatron (Soda- oder Seifenstein) enthält häufig erhebliche Mengen der oben genannten fremden Salze, wodurch dessen Werth als Verseifungsmittel nicht wenig vermindert wird. Um erforderlichen Falls solches Verhältniss festzustellen, übergiess man in einem kleinen Setzkolben 25 Grmm. von dem Fabrikate zunächst mit 30 Grmm. Wasser und befördert durch Schütteln und Erwärmung, durch Eintauchen des Kolbens in heisses Wasser, das Zergehen der Masse, man giebt hierauf noch 50 Grmm. höchst rectificirten Weingeist hinzu, verschliesst das Gefäss mit einem zuvor abgepassten Kork, digerirt eine Zeitlang unter zuweiligem Umschütteln, stellt dann den Kolben in möglichst geneigte Lage und lässt absetzen. Sobald dieses geschehen, wird die klare Flüssigkeit soweit wie thunlich in ein Becherglas klar abgegossen, auf das Ungelöste nochmals 20 Grmm. Weingeist gegeben, wiederum absetzen gelassen, abgegossen und der Rückstand endlich mittelst Weingeist in ein Filter gespült. Von dem vereinigten geistigen Auszuge wird der Weingeist abgedunstet oder aus einem kleinen Destillirapparate (vgl. S. 2, Fig. 2) abdestillirt, darauf die wässrige Auflösung in eine tarirte kleine Silberschaale (in deren Ermangelung kann auch eine kleine Schaaale aus dünnem Eisenblech benutzt werden) abgegossen, eingetrocknet und die Hitze zuletzt bis zum Schmelzen des Inhalts gesteigert. Man lässt dann erkalten und wägt. Das Mehrgewicht des Schälchens vierfach genommen ergiebt naehin den Procentgehalt des Fabrikats an Natronhydrat. Um nun aber auch den Gehalt desselben an kohlen-saurem Natron festzustellen, wird das Filter sorgfältig mit Wasser ausgesüsst, bis das Abfliessende Curcumapapier nicht mehr bräunt, die alkalische Flüssigkeit dann in einem Becherglase bis zum Sieden erhitzt und aus einer tarirten Tropfbürette (Fig. 1) tropfenweise officinelle verdünnte reine Schwefelsäure (spec. Gew. = 1,115) hinzugetropft, bis blaues Lackmuspapier beim Betupfen mit dem Rührstabe eine schwache Röthung zeigt. Man wägt, wieviel von der Säure zur Erreichung dieses Zweckes nöthig gewesen, multiplicirt mit 4 und theilt dann das Product durch 5,526. Der Quotient ergiebt den Procentgehalt des Fabrikats an kohlen-saurem Natron. Was nun nach Summirung der beiden alkalischen Gemengtheile an 100 fehlt, wird von den nicht alkalischen Verunreinigungen (Kochsalz, schwefelsaures Natron, kohlen-saurer Kalk, wenn ein in Wasser unlöslicher Rückstand verblieben) ausgemacht. — Nachträglich kann auch noch die oben erwähnte geschmolzene Masse in Wasser

gelöst und die Lösung in der S. 260 angegebenen Weise auf etwaigen Gehalt an Schwefelnatrium und Kalihydrat geprüft werden.

Eine wässrige Lösung von Aetznatron von 1,330 bis 1,334 spec. Gew. bei 15° C. (nach Ph. Bor., womit Ph. Germ., Helv., Gall., Russ. sehr nahe übereinstimmen) ist unter dem Namen Natrium hydricum solutum (Liquor Natri caustici, Aetznatronflüssigkeit, Aetznatronlauge) officinell. Sie enthält sehr nahe 31% Natronhydrat oder 24% Natron (Natriumoxyd), deren Aequiv. ist somit  $\text{NaOH} + 90 \text{ Aq.} = 130$ . Das Präparat der Ph. Brit. (Liquor Sodae) ist viel schwächer, enthält bei einem spec. Gew. = 1,047 nur 4,1% Natronhydrat.

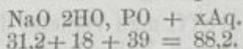
*Aetznatron-  
flüssigkeit.*

Das obige Präparat der Ph. Bor. etc. ist eine farblose oder fast farblose Flüssigkeit, wovon einige Tropfen in einem Kelchglase mit Wasser verdünnt diesem eine stark alkalische Reaction ertheilen. Wird nahehin 1 Gewichtstheil von dem Präparate in 10 Gewichtstheilen von einer Lösung von Weinsäure in der 8fachen Wassermenge eingetragen, so darf nur geringes Aufbrausen und auch nach längerer Zeit kein krystallinischer Niederschlag entstehen (wesentlicher Unterschied von Aetzkalklösung). Auch darf die saure Mischung beim Hinzugeben eines gleichen Volums guten Schwefelwasserstoffwassers keine Fällung erleiden. — In eine verdünnte Lösung von essigsaurem Bleioxyd geträpelt, bringt das Präparat eine weisse Trübung hervor, welche bei weiterem Zusatze von der alkalischen Flüssigkeit endlich vollständig verschwindet (ein schwarzer Rückstand würde auf einen Gehalt an Schwefelnatrium hinweisen, welches übrigens nicht minder unzweideutig durch eine sehr stark verdünnte Lösung von Nitroprussidnatrium erkannt werden kann). — In höchst rectificirten Weingeist geträpelt, darf keine oder doch nur eine geringe Trübung und Fällung eintreten, gegenfalls enthält die Lauge eine überreichliche Menge fremder Salze (kohlensaures Natron, Chlornatrium). — Schwefelwasserstoffwasser muss ganz indifferent sich verhalten, sowohl vor, als auch bei nachheriger Ansäuerung mit reiner Chlorwasserstoffsäure (Abwesenheit von in alkalischer Lauge löslichen Metallverbindungen, so von Blei, Zink, Zinn, Arsen und Antimon).

Eine mittelst chemisch reinen Aetznatrons bereitete Aetznatronlösung verhält sich im Uebrigen wie im Vorhergehenden vom reinen Aetznatron selbst angegeben.

### Natrium hypophosphorosum.

(Hypophosphis natrius. Unterphosphorigsaures Natron.)

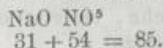


Weisses krümeliges Salzpulver, oder blätterige krystallinische Masse, geruchlos; wird ein wenig davon in einem trockenen Reagircyliner erhitzt, so giebt es zunächst Feuchtigkeit, dann selbstentzündliches Phosphorwasserstoffgas aus und hinterlässt einen gelblich gefärbten Rückstand, wesentlich aus pyrophosphorsaurem Natron bestehend. In Wasser sehr löslich zu einer Flüssigkeit, welche schwach alkalisch reagirt, Silberlösung schwärzt, durch Weingeist und durch eine verdünnte Lösung von Chlorcalcium gar nicht oder nur wenig getrübt wird, letzteres in Folge eines geringen Gehalts an phosphorig- oder phosphorsaurem Salze.

*Charakteri-  
stische Kenn-  
zeichen.*

### Natrium nitricum.

(Nitras natrius, Nitrum rhomboidale. Salpetersaures Natron  
Natronsalpeter, rhombischer oder cubischer Salpeter.)



Farblose, durchsichtige, rhomboëdrische Krystalle oder Bruchstücke von solchen, hygroskopisch, daher gewöhnlich von etwas feuchtem Ansehen;

*Erkennung  
und*

auf glühende Kohlen gestreut mit gelbem Funkensprühen verpuffend und einen stark alkalischen Rückstand hinterlassend, der Flamme darüber abbrennenden Weingeistes eine gelbe Farbe ertheilend. In Wasser reichlich löslich (100 Th. des Salzes bedürfen bei  $18\frac{1}{2}^{\circ}$  C. 114 Th. Wasser, das spec. Gew. der Lösung ist 1,377) zu einer neutralen Flüssigkeit, welche durch Salzsäure nicht gelb gefärbt, durch aufgelöstes kohlensaures Natron nicht gefällt wird, und worin eine kalt gesättigte Lösung von saurem weinsauren Natron keinen krystallinischen Niederschlag veranlasst. Wird ein wenig (einige Tropfen) von der wässerigen Lösung in einem Keilglase zunächst mit viel Eisenvitriollösung und dann mit reiner concentrirter Schwefelsäure behutsam versetzt, so entsteht an der Grenze zwischen beiden Flüssigkeitsschichten eine farbige Zone.

## Prüfung.

a. Wasser: man übergießt in einem Kölbchen etwa 5—10 Gramm. von dem Salze mit der vierfachen Menge reinem Wasser und erwärmt gelinde — die Lösung muss vollkommen klar sein und gegen Reagenspapiere neutral sich verhalten.

b. Kohlensaures Natron: man giebt zu einem kleinen Theile der vorerwähnten Lösung — etwas aufgelöstes kohlensaures Natron — es darf weder bald, noch auch beim Erwärmen eine Trübung eintreten, welche auf Erdsalze hinweisen würde.

c. Salpetersaurer Baryt und salpetersaures Silberoxyd: man vertheilt in zwei Reagirylinder zunächst etwas destillirtes Wasser, fügt einige Tropfen reine Salpetersäure hinzu, gießt darauf in den einen ein wenig aufgelöstes Barytsalz, in den andern ein wenig aufgelöstes Silbersalz und dann in beide etwas von der vorerwähnten (a) wässerigen Lösung des Salzes — es darf in keiner Probe eine Trübung eintreten, wenn das Salz vollkommen frei ist von Schwefelsäuresalz und von Chlormetall. Ein geringer Gehalt an diesen Salzen, durch eine geringe weisse Trübung in dem und dem andern Falle erkennbar, ist jedoch für die arzneiliche Anwendung ohne Belang.

d. Schwefelwasserstoff: man versetzt den Rest von der wässerigen Lösung (a) mit dem mehrfachen Volum guten Schwefelwasserstoffwassers — es darf hierbei weder Trübung noch Färbung eintreten, welche auf metallische Verunreinigung hinweisen würde.

e. Stärkelösung: man löst abermals 5—10 Gramme von dem Salze in der vierfachen Menge Wasser auf, gießt nahehin die Hälfte von dieser Lösung in ein Reagirglas aus und fügt dazu etwas von einer mit verdünnter Schwefelsäure angesäuerten Stärkelösung (vgl. S. 82) — eine blaue Färbung weist auf die gleichzeitige Anwesenheit entweder von Jodnatrium und jodsaurem Natron oder von Jodnatrium und von salpetersaurem Natron hin. Bei nicht eintretender Reaction theilt man die zweite Hälfte von der Lösung abermals in zwei Portionen, fügt zu beiden von der angesäuerten Stärkelösung zu, versetzt hierauf die eine Portion mit einem Tropfen aufgelösten salpetersauren Kalis (eine blaue Färbung beweist die Anwesenheit von Jodnatrium), die andere tropfenweise mit Schwefelwasserstoffwasser (eine röthliche, violette oder blaue Färbung beweist die Anwesenheit von jodsaurem Salze).

Das einmal raffinirte und noch mehr das rohe salpetersaure Natron des Handels (Chilisalpeter, Südseesalpeter) entspricht niemals den vorstehenden

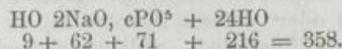
Anforderungen. Es ist immer durch geringe oder grössere Mengen fremder Salze verunreinigt, zuweilen wohl auch mit solchen (besonders Kochsalz, Glaubersalz) absichtlich verfälscht. Aus dem Betrage des in Wasser unlöslichen Rückstandes und aus der Intensität der Wirkung der im Vorhergehenden erwähnten Reagentien kann man leicht einen annähernden Schluss auf den Betrag dieser fremden Gemengtheile machen. Wünscht man bei reichlichem Ausfalle besonders der unter e beschriebenen Reactionen den absoluten Gehalt der Waare an salpetersaurem Natron sehr annähernd kennen zu lernen, so kann die dahin zielende Prüfung auf dem kürzesten Wege folgendermaassen geschehen:

Man wägt von einer grössern Portion vorgängig scharf getrockneten und dann fein zerriebenen Salzes 2 Grmm. (200 Centigrmm.) ab, mischt diese in einer glatten Porzellanschale mit gleichviel fein zerriebenem Zucker und darauf noch mit 4 Grmm. kohlensaurem Kalk. Diese Mischung wird in kleinen Portionen in einen Tiegel aus dünnem Eisenblech und von passender Grösse, welchen man über der Weingeistlampe mit doppeltem Luftzuge oder über der Gaslampe bis zum Glühen erhitzt hat, eingetragen. Nachdem die Verbrennung der ganzen Mischung vollendet, unterhält man die Erhitzung noch eine kurze Weile, unter behutsamem Umrühren des Tiegelinhalts mit einem Eisendrath, und lässt dann erkalten. Man schüttet hierauf den Inhalt des Tiegels in ein Becherglas und schneift den Tiegel wiederholt mit etwas Wasser aus und in das Becherglas ein. Durch Umrühren mit einem Glasstabe befördert man das Auflösen der löslichen Salze, bringt darauf alles in ein Filter, lässt die Flüssigkeit in ein tarirtes Becherglas abfließen und süsst Becherglas, Filter und dessen Inhalt mit Wasser aus, bis das Abfließende Curemapapier nicht mehr bräunt. Der Inhalt des Becherglases wird hierauf verdunsten gelassen, bis das Gewicht des erstern nur noch 20 Grmm. oder weniger beträgt. Diese Flüssigkeit wird nach vollständigem Erkalten in eine in Zehntel-C. C. getheilte Bürette übergossen und das Becherglas mit soviel Wasser nachgespült, dass das Volum des Ganzen 20 C. C. (200 Zehntel-C. C.) beträgt. Durch Ausgießen in das Becherglas und Wiedereingießen in die Bürette wird die gleichmässige Mischung bewirkt. Andererseits wägt man in einem Becherglase genau  $17\frac{1}{4}$  Grmm. (oder 1725 Centigrmm.) reine Salpetersäure von  $6\frac{1}{4}\%$  Säuregehalt (durch Vermischen von offic. reiner Salpetersäure von 25% Gehalt mit der dreifachen Gewichtsmenge Wasser bereitet) ab, und lässt aus der Bürette so lange von der alkalischen Flüssigkeit hinzutröpfeln, bis beim Betupfen von Lackmuspapier mit dem Rührstabe eine saure Reaction nicht mehr wahrgenommen wird. Man liest nun ab, wie viel, in Zehntel-C. C. ausgedrückt, von der alkalischen Flüssigkeit zur Erreichung dieses Zweckes verbraucht worden. Diesen entspricht eine gleiche Anzahl Centigramme von dem fraglichen Salze und diese endlich 170 Centigrmm. reines salpetersaures Natron. Würde man somit zur Neutralisation der Probesäure die gesammte alkalische Flüssigkeit, also sämtliche 200 Zehntel-C. C. verbraucht haben, so würde daraus hervorgehen, dass in 200 Centigrmm. von dem fraglichen Salze 30 Centigrmm. anderweitiger Substanzen enthalten waren, ersteres folglich nur 85% reines salpetersaures Natron enthalte. Betrag der Verbrauch 185 Zehntel-C. C., so ist der Gehalt nahehin 92%.

Prüfung  
des rohen  
salpeter-  
sauren  
Natrons.

### Natrium phosphoricum.

(Phosphas natrius offic., Soda phosphorata. Officinelles phosphorsaures Natron.)



Farblose, wasserklare, mehrentheils aber oberflächlich verwitterte Krystalle oder Bruchstücke von solchen, in Wasser bei gelindem Erwärmen leicht löslich zu einer Flüssigkeit, welche alkalisch reagirt, beim Zusatze einer Säure aber kein Gas ausgiebt, und in einer verdünnten Lösung von geschmolzenem, folglich vollkommen neutralem salpetersauren Silberoxyd einen blassgelben Niederschlag veranlasst, wobei die Flüssigkeit eine saure Reaction erlangt. Der Silberniederschlag (dreibasisch-phosphors.

Charakteri-  
stische Kenn-  
zeichen.

Silberoxyd =  $3 \text{ AgO}, \text{ PO}^5$ ) wird von Salmiakgeiste gelöst; die ammoniakalische Lösung bleibt beim Erwärmen, durch Eintauchen des Cylinders in heisses Wasser, unverändert (Unterschied von dem gleichfarbigen arsenigsauren Silberoxyd, dessen ammoniakalische Lösung beim Erwärmen metallisches Silber abscheidet, welches die Wandungen des Cylinders überkleidet). — Dieselbe Flüssigkeit giebt mit ammoniakalischer Bittersalzlösung einen weissen Niederschlag, welcher von einem Ueberschuss sowohl des Reagens als auch des Salzes nicht gelöst wird. Aehnlich verhält sich eine saure essigsäure Uranoxyd-Ammonlösung, nur dass der Niederschlag nicht weiss, sondern blassgelb erscheint.

Prüfung.

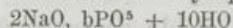
a. Salpetersaurer Baryt und salpetersaures Silberoxyd: man löst von einer grössern Portion des zerkleinerten Salzes etwa 1 Grmm. in 30 C. C. Wasser auf, giebt dazu ein wenig Salpetersäure, vertheilt die Mischung in zwei Reagircylinder und fügt zu der einen Portion einen Tropfen aufgelösten Baryumsalzes, zu der andern ein Tropfen aufgelösten Silbersalzes — es darf in beiden Fällen keine (bei völliger Abwesenheit von Schwefelsäuresalz und von Chloralkalimetall) oder doch nur eine geringe weisse Trübung (bei vorhandenen kleinen Spuren von den genannten Salzen) eintreten. Die letztere Erscheinung ist übrigens bei der medicinischen Anwendung des Präparats ohne Belang.

b. Schwefelwasserstoff: man löst etwa 30 Grmm. des Salzes in der doppelten Menge heissen Wassers, giesst die Lösung in ein Kolben- oder Arzneiglas, worin bereits doppelt soviel gutes klares Schwefelwasserstoffwasser enthalten ist, fügt ein wenig reine Salzsäure hinzu, verkorkt das Gefäss gut und stellt es an einem mässig warmen Ort bei Seite. Es darf auch nach längerer Zeit kein flockiger gelber Niederschlag sich wahrnehmen lassen, welcher auf das Vorhandensein von Arsen (Arsensäure) hinweisen würde.

Noch eine andere Prüfungsweise nach derselben Richtung hin ist folgende: man übergiesst in einem etwas weiten Reagircylinder 15 Grmm. des zerkleinerten Salzes mit gleichviel oder etwas darüber offic. reiner Salzsäure, taucht den Cylinder in heisses Wasser, befördert durch Umschütteln die Auflösung, senkt, sobald dies geschehen, einen Streifen blanken Kupferblechs in die Flüssigkeit, so dass derselbe nicht aus der Flüssigkeit hervorragt, und lässt den Cylinder während einer halben bis ganzen Stunde innerhalb des heissen Wassers verharren — bei Abwesenheit von Arsen bleibt die Oberfläche des Metalls unverändert, gegenfalls läuft dieselbe mehr oder weniger dunkelgrauschwarz an (vgl. S. 39).

### Natrium pyrophosphoricum.

(Pyrophosphas natrius. Pyrophosphorsaures Natrium.)



$$62 + 71 + 90 = 223.$$

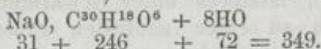
Charakteristische Kennzeichen.

Farblose, tafelförmige oder blätterige Krystalle, oder, wenn wasserleer, poröse Salzmasse oder weisses Pulver; in 15 Th. Wasser beim Erwärmen löslich zu einer Flüssigkeit, welche schwach alkalisch reagirt, in verdünnte Salpetersäure getropfelt kein Aufbrausen, in einer neutralen Lösung von salpetersaurem Silberoxyd einen weissen Niederschlag veranlasst, wobei die Mischung neutral bleibt; der Niederschlag ist in einem Uebermaasse der Salzlösung nicht löslich, verschwindet aber beim Zusatz von etwas freier Salpetersäure. Dieselbe Flüssigkeit giebt mit ammoniakalischer Bittersalzlösung einen weissen Niederschlag, welcher in Uebermaasse sowohl des Reagens als auch des Salzes löslich ist, giebt ferner

mit saurer essigsaurer Uranoxyd-Ammonlösung einen blassgelben Niederschlag, welcher ebenfalls von einem Ueberschuss des Fällungsmittels gelöst wird. Wird die mit freier Salpetersäure versetzte wässrige Lösung des Salzes eine Zeit lang gekocht, dann mit reinem kohlen-sauren Natron neutralisirt und nun mit Silberlösung geprüft — so entsteht ein gelber Niederschlag.

#### Natrium santonicum.

(Santoninnatron, santoninsaures Natron.)

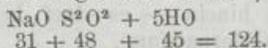


Farblose durchsichtige, tafelförmige oder auch fein blätterige Krystalle; auf Platinblech erhitzt, schmilzt es zunächst, färbt sich dann schön roth und verkohlt endlich unter Auftreten von Dämpfen, welche entzündet mit stark russender Flamme verbrennen, unter Zurücklassung einer kohligen Masse, welche befeuchtetes Curcumapapier bräunt. In Wasser, besonders in der Wärme, reichlich löslich zu einer Flüssigkeit, welche alkalisch reagirt, in Weingeist getropfelt keine Trübung veranlasst, wohl aber eine starke Trübung erfährt, wenn sie mit einer verdünnten Säure versetzt wird. Aether und Chloroform mit letzter Mischung geschüttelt, lösen den Niederschlag (Santonin) auf. Das santoninsaure Natron selbst ist in Aether unlöslich.

Charakteristische Kennzeichen.

#### Natrium subsulfurosum.

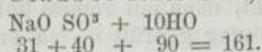
(Subsulfis s. Hyposulfis natricus, Natrium hyposulfurosum s. dithionosum. Unterschwefeligsäures Natron, dithionigsäures Natron.)



Farblose wasserklare Krystalle, gewöhnlich etwas feucht erscheinend, in Wasser reichlich löslich. Die Lösung reagirt schwach alkalisch, lässt beim Eintröpfeln in verdünnte Salzsäure keine Gasentwicklung wahrnehmen (Abwesenheit von kohlen-saurem Natron), doch trübt sich die Mischung allmählig gelblichweiss unter Auftreten des Geruchs nach schwefeliger Säure. Dieselbe wässrige Lösung des Salzes veranlasst in concentrirter Chlorbaryumlösung einen weissen Niederschlag, welcher bei nachträglicher Verdünnung der Mischung mit Wasser verschwindet (Abwesenheit von Schwefelsäure); auch beim Eintröpfeln in eine Lösung von Höllenstein entsteht ein weisser Niederschlag, welcher jedoch sehr bald zunächst gelb, dann schwarz wird, wobei die anfangs neutrale Mischung eine starke saure Reaction erlangt. Wird aber umgekehrt eine verdünnte Höllensteinlösung in die Lösung des unterschwefeligsäuren Salzes getropfelt, so geht der anfangs entstehende weisse Niederschlag beim Umschütteln rasch in Lösung über und die Mischung bleibt klar und neutral. — Jod wird von der Lösung des unterschwefeligsäuren Natrons zunächst farblos aufgenommen, und zwar sehr nahe in dem Verhältnisse von 1:2 (127:248); ein weiterer Zusatz von Jod wird mit brauner Farbe aufgenommen, welche beim Hinzugeben von der Salzlösung wieder verschwindet (vgl. S. 132).

## Natrum sulfuricum.

(Sulfas natrius offic., Sal Glauberi. Offic. schwefelsaures Natron, Glauber'sches Salz.)



Erkennung  
und

Farblose wasserklare gestreifte Krystalle, mehrentheils oberflächlich etwas verwittert, oder, wenn vollkommen verwittert, ein weisses Pulver. Erstere unter Abkühlung in Wasser leicht (bei 15° C. nahehin in dem Verhältnisse von 1 : 3), letzteres unter Erwärmung minder schnell und reichlich (1 : 8) löslich zu einer neutralen Flüssigkeit, welche durch Lösungen von kohlen-saurem und von saurem weinsauren Natron keine Fällung erfährt, wohl aber auch nach vorgängiger Verdünnung mit vielem Wasser durch eine Auflösung von Chlorbaryum. Die weisse Trübung wird durch Zusatz von Salpetersäure nicht aufgehoben.

Prüfung.

a. Wasser: man übergiesst in einem Setzkolben von dem krystallisirten Salze etwa 50 Grmm., von dem verwitterten halb soviel mit 150 C. C. reinem Wasser und erwärmt. Die Lösung muss vollständig stattfinden und die erkaltete Flüssigkeit gegen nachstehende Reagentien wie angegeben sich verhalten.

b. Lackmuspapier: das blaue Papier darf nicht im mindesten geröthet, das rothe nicht gebläuet werden, wenn das eine und das andere mit einem in die Flüssigkeit getauchten Glasstabe betupft wird.

c. Salpetersaures Silberoxyd: man giebt 1—2 Tropfen von der Silbersalzlösung in einen Reagireylinder, fügt 1—2 Tropfen reine Salpetersäure hinzu, verdünnt mit Wasser und tröpfelt schliesslich von der Auflösung des Salzes hinein — es darf keine weisse Trübung eintreten (Abwesenheit von Chlornatrium).

d. Kohlen-saures Natron: man giesst etwas von der Lösung in einen Reagireylinder, macht durch einen Zusatz von aufgelöstem kohlen-sauren Natron stark alkalisch und erwärmt — es darf ebenfalls keine Trübung eintreten (Abwesenheit von Magnesiasalzen und Spuren von Kalksalzen).

e. Blankes Kupferblech: man giesst in einen weiten Reagireylinder 20—25 C. C. von der Lösung, giebt dazu ein gleiches Volum offic. reine Salzsäure, schüttelt, senkt einen Streifen blanken Kupferblechs oder überkupferten Platinblechs (vgl. S. 79) hinein, so dass derselbe von der Flüssigkeit etwas überragt wird, taucht den Cylinder in siedend heisses Wasser und lässt denselben  $\frac{1}{2}$  bis 1 Stunde darin verweilen — die Oberfläche des Kupfers muss nach Verlauf dieser Zeit unverändert erscheinen. Ein mehr oder weniger dunkler bis grauschwarzer Ueberzug der Metallfläche weist auf die Anwesenheit entweder von unterschwefeliger oder schwefeliger Säure oder von Arsen hin.

Specielle  
Prüfung auf  
schwefelig-  
saures

Zur speciellen Erkennung der beiden zuerst genannten Säuren, wenn nämlich die Reaction auf das Kupferblech eingetreten, giesst man etwas von der Lösung des Salzes in ein Kelchglas und giebt dazu von einer schwefelsäurehaltigen Stärkelösung, zu welcher vorher einige Tropfen von einer Lösung von jodsaurem Kali zugegeben worden sind und welche dadurch unverändert geblieben ist, — bei Anwesenheit von schwefelig- oder unterschwefeligsäurem Salze färbt sich die Mischung blau, gegenfalls zeigt sich eine solche Erscheinung nicht. — Oder man giebt in einen kleinen Setzkolben mittelst eines Trichters, um die obern Wandungen nicht

zu benetzen, etwa 20 C. C. von der Salzlösung, lässt einen mit einer Auflösung von jodsaurem Kali benetzten Streifen gestärkten Papiers innerhalb der Mündung des Kolbens herabhängen und nun in letzteren mittelst einer langen Trichterröhre, welche die Oberfläche der Flüssigkeit fast berührt, nahehin ein gleiches Volum reine conc. Schwefelsäure einfließen — bei Anwesenheit eines schwefelig- oder unterschwefeligsaurigen Salzes wird schwefelige Säure entwickelt und das Reagenspapier färbt sich mehr oder weniger blau. — Oder endlich man giebt in einen etwas weiten Reagircylinder nahehin 20 C. C. von der Salzlösung und hierauf von einer überschüssige Salzsäure enthaltenden Zinnchlorürlösung — bei Anwesenheit der einen oder der andern der genannten Säuren färbt sich das Gemisch zunächst gelb, dann braun durch Abscheidung von Schwefelzinn.

und unterschwefelig-saures Salz,

Wenn der eine oder der andere der soeben beschriebenen Versuche negativ ausgefallen, die Kupferreaction folglich höchst wahrscheinlich von einem Gehalte des fraglichen Salzes an arseniger oder Arsensäure herrührt, so muss man, um Gewissheit hierüber zu erlangen, entweder das beschlagene Kupferblech einer weiteren Prüfung, wie S. 79 angegeben, unterwerfen oder, bei Abwesenheit von Chlornatrium, man übergiesst in einem Becherglase 30 Grmm. von dem Salze mit gleichviel heissem Wasser, giebt wässrige schwefelige Säure hinzu (oder man macht die wässrige Lösung des Salzes durch einige Tropfen reiner concentrirter Schwefelsäure stark sauer und giebt dann ein bohnegrosses Stückchen schwefeligsaurigen Natron hinzu), lässt in der Wärme zur Trockene verdunsten, nimmt den Rückstand mit 30 Grmm. offic. reiner Salzsäure auf, unterwirft die von dem abgetrennten Salze in einen kleinen Destillirkolben abgegossene saure Flüssigkeit der Destillation in der S. 38 angegebenen Weise und prüft das Destillat mit gutem Schwefelwasserstoffwasser.

auf Arsen.

f. Schwefelwasserstoff: man gießt den übrigen grössern Theil von der wässrigen Lösung des Salzes (a) in einen andern Setzkolben von dem etwaigen Bodensatz klar ab oder filtrirt ab, macht durch einige Tropfen Aetzammoniaks schwach alkalisch, giebt ein doppeltes Volum gutes klares Schwefelwasserstoffwasser hinzu und lässt die Mischung wohl verschlossen längere Zeit stehen. Es darf weder Färbung noch Fällung eintreten. — Eine weisse Trübung und Fällung könnte von einem Zinkgehalte, eine missfarbige, schwärzlichbräunliche von einem Kupfergehalte, eine grünlich-schwarze von einem Eisengehalte, eine blässröthliche von einem Mangangehalte herrühren, auch würde die eine und die andere Reaction eine allmählig eintretende mehr oder weniger deutliche Trübung bei Ausführung der unter d. beschriebenen Prüfung voraussetzen.

Prüfung auf Metalle im Allgemeinen,

Wenn bei der so eben unter f. beschriebenen Prüfung eine deutliche Reaction eingetreten und eine nähere specielle Prüfung erscheinenswerth, so verfähre man zu diesem Behufe folgendermaassen. Man löst von Neuem 50—100 Grmm. (je nach der Stärke der Reaction) von dem fraglichen krystallisirten Salze, halbsoviel von dem entwässerten Salze, in 400 oder 800 C. C. heissem Wasser, gießt die Lösung unfiltrirt in einen Setzkolben, macht durch reinen Salmiakgeist schwach alkalisch, sättigt dann die Flüssigkeit mit Schwefelwasserstoffgas, verschliesst den Kolben mit einem vorher abgepassten, gut schliessenden Kork und stellt denselben durch 24 Stunden bei Seite. Nach Verlauf dieser Zeit gießt man die Flüssigkeit (a) von dem Absatze in einen andern Kolben klar ab, bringt den Bodensatz in ein kleines Filter und süsst wiederholt mit Schwefelwasserstoffwasser aus. Man durchsieht hierauf das Filter mit einem Glasstab, spült den Inhalt mittelst der Spritzflasche in ein Porzellanschälchen ein, lässt die Flüssigkeit im Wasserbade verdunsten, giebt auf den Rückstand ein wenig offic. reine Salpetersäure und lässt abermals verdunsten. Man giebt einige Tropfen Salmiakgeist in das Schälchen und darauf ein wenig Wasser — bei Anwesenheit von Kupfer erscheint die Mischung blau oder bläulich gefärbt, wird beim Ansäuern mit verdünnter Schwefelsäure wieder entfärbt, giebt aber nun mit aufgelöstem gelben Blutlaugensalz einen braunrothen Niederschlag. — Wenn die Reaction auf Kupfer nicht eingetreten, so gebe man die ammoniakalische Flüssigkeit auf ein kleines Filter und spüle den etwaigen ungelösten Rückstand gleichfalls in das Filter ein.

auf Kupfer,

auf Zink,  
Eisen und  
Mangan,

Das bei Abwesenheit von Kupfer farblose Filtrat wird mit einigen Tropfen Schwefelammoniumflüssigkeit versetzt — eine weisse Trübung verräth die Anwesenheit von Zink. — Ist eine Reaction auf Zink nicht eingetreten, so erübrigt es noch, den in dem Filter zurückgebliebenen, in Ammoniak unlöslichen Rückstand auf Eisen und Mangan zu prüfen. In beiden Fällen erscheint dieser Rückstand mehr oder weniger bräunlichroth oder röthlich braun. Die Prüfung auf Mangan geschieht am einfachsten auf die Art, dass man ein Minimum von diesem Rückstande auf einem Silber- oder Platinbleche mit einigen Tropfen reiner Aetzkallilösung übergiesst, darauf über der Weingeistlampe zunächst eintrocknen lässt und den Rückstand dann bis zum Glühen erhitzt — bei vorhandenem Mangan nimmt derselbe hierbei eine schöne blaugrüne Farbe an. Behufs der Prüfung auf Eisen spült man den Inhalt des Filters, nachdem es mit einem Glasstabe durchstoehen worden, mit der Spritzflasche in ein kleines Becherglas ein, giebt etwas reine Salzsäure hinzu, lässt verdunsten und nimmt dann mit etwas Wasser und einigen Tropfen Salzsäure auf. Bei Anwesenheit von Eisen erscheint die Flüssigkeit gelb gefärbt und wird nach vorgängiger starker Verdünnung mit Wasser durch einige Tropfen aufgelösten gelben Blutlaugensalzes blau gefällt.

auf Arsen.

Wenn durch die unter e. beschriebenen Prüfungen das Vorhandensein von Arsen in dem fraglichen Salze sich ergeben, so ist dieses in der schwefelwasserstoffhaltigen alkalischen Flüssigkeit  $\alpha$  zurückgeblieben, und diese kann in solchem Falle zur weiteren Bestätigung des gewonnenen Resultats und ebenso auch erforderlichen Falles zur quantitativen Bestimmung des Arsens benutzt werden. Zu diesem Behufe wird die Flüssigkeit mit reiner Salzsäure angesäuert und der Kolben durch 24 Stunden bei Seite gestellt. Nach Verlaufe dieser Zeit hat sich das Arsen als Schwefelarsen mit Schwefel gemengt am Boden in Gestalt eines mehr oder weniger gelben Absatzes angesammelt. Man giesst die überstehende Flüssigkeit ab, sammelt den Bodensatz in einem kleinen Filter, süsst mit schwefelwasserstoffhaltigem Wasser aus und verfäht damit weiter wie S. 13 angegeben.

*Rohes  
Glaubersalz.*

Das rohe Glaubersalz des Handels (für die Veterinärpraxis bestimmt) entspricht niemals vollständig den vorstehenden Anforderungen, jedenfalls muss es aber arsenfrei sein. Der grössere oder geringere Betrag der übrigen Verunreinigungen ergibt sich aus der grösseren oder geringeren Intensität der Reactionen, und letztere entscheidet darüber, ob die betreffende Waare zu der erwähnten Verwendung tauglich oder nicht. — Mit dem einfachen Namen Sulfat wird zuweilen das rohe, wasserleere, schwefelsaure Natron bezeichnet, wie es bei der Behandlung von Kochsalz oder Steinsalz mit conc. Schwefelsäure in eisernen Cylindern oder im Flammenofen (Sulfatofen) unmittelbar gewonnen wird. Es ist wohl immer durch nicht unbedeutende Mengen Kochsalz, saures schwefelsaures Natron und schwefelsaures Eisen mehr oder weniger verunreinigt, nicht selten aber auch sehr arsenhaltig, aus der benutzten arsenhaltigen Schwefelsäure abstammend. Es dient ausschliesslich zu technischen Zwecken (Soda- und Glasfabrikation), wird aber auch zuweilen dem zu Fabrikzwecken bestimmten Kochsalz (Fabrikatz) beigemischt, behufs sogenannter Denaturalisation. Soll auch dieses Produkt einer näheren Prüfung unterworfen werden, so wird eine grössere Durchschnittsprobe davon zu Pulver zerrieben, hiervon 100 Grmm. abgewogen, in einem Setzkolben mit der 5fachen Menge Wasser übergossen, unter Erwärmung und öfterem Umschütteln gelöst, darauf absetzen gelassen, die Flüssigkeit in eine Literflasche vollständig abgossen, letztere dann bis zur Marke mit Wasser gefüllt, darauf der gesammte Inhalt in den Kolben zurückgegeben, absetzen gelassen und mit bestimmten Maasstheilen desselben folgende einzelne Prüfungen vorgenommen.

$\alpha$ . Ermittlung der freien Säure: man misst 50 C. C. von der Flüssigkeit (5 Grmm. von dem Salze entsprechend) ab, giesst in ein Becherglas, spült das Messgefäss mit etwas Wasser nach, erwärmt, giebt aus einer tarirten Birette (vgl. S. 1 Fig. 1) offic. kohlen-saure Kalilösung (spec. Gew. = 1,34 bei 15° C.) tropfenweise, unter Umrühren mit einem Glasstabe, hinzu, bis blaues Lackmuspapier beim Betupfen mit dem Rührstabe nicht mehr geröthet wird und wägt hierauf wie viel von der alkalischen Flüssigkeit zur Erreichung dieses Zweckes erforderlich gewesen. Die verbrauchte Gewichtsmenge 20fach genommen und darauf durch 4,224 getheilt ergibt die entsprechende Menge vorhandenen unneutralisirten

Schwefelsäurehydrats (conc. Schwefelsäure) in 100 Grmm. von dem Rohproducte. Der Versuch kann behufs der Controle noch einige Male wiederholt werden.

β. Ermittlung des Gehalts an Chlornatrium: man misst 10 C. C. von der Flüssigkeit ab, giesst in einen kleinen Setzkolben, spült das Messgefäß wiederholt mit Wasser nach, erwärmt und fällt mit Hüllensteinlösung aus. Man sammelt den Niederschlag, möglichst bei Ausschluss des Lichts, in einem doppelten Filter von je gleichem Gewichte, süsst mit reinem Wasser aus, bis das Abfließende Lackmuspapier nicht mehr röthet, trocknet sehr scharf und wägt, das äussere Filter als Tara benutzend. Das Gewicht des Chlorsilbers 100fach genommen und darauf durch 2,453 getheilt ergibt die entsprechende Menge Chlornatrium in 100 Grmm. von dem Rohproducte.

Nämlich:  $\frac{143,5}{\text{AgCl}} = \frac{58,5}{\text{NaCl}}$ ; folglich:  $\frac{143,5}{58,5} = 2,453$ ; somit:  $\frac{x \text{ AgCl}}{2,453} = x \text{ NaCl}$ .

γ. Ermittlung des Arsengehalts: man misst 200 C. C. von der Flüssigkeit (entsprechend 20 Grmm. von dem Rohproducte) ab, giesst in einen Setzkolben, spült das Messgefäß mit Wasser nach, lässt Schwefelwasserstoffgas bis zur Sättigung einströmen, stellt den Kolben lose verschlossen durch einige Stunden warm, lässt abermals Schwefelwasserstoffgas einströmen, verschliesst hierauf den Kolben dicht und stellt denselben durch 24 Stunden bei Seite. Hat sich nach Verlauf dieser Zeit ein Absatz gebildet, so wird die Flüssigkeit behutsam davon abgegossen, der Bodensatz hierauf auf ein Filter gebracht und Kolben und Filter mit schwefelwasserstoffhaltigem Wasser gespült, bis das Abfließende nicht mehr sauer reagirt. Mit dem Rückstande im Filter wird hierauf behufs weiterer Untersuchung genau wie S. 13 angegeben verfahren.

δ. Ermittlung des Eisengehalts: die von dem durch Schwefelwasserstoff bewirkten Niederschläge abgegossene und abfiltrirte Flüssigkeit wird in eine Porzellanschale gegeben, zum Theil verdunstet, um den überschüssigen Schwefelwasserstoff auszutreiben, darauf mit Chlorwasser versetzt, das überschüssige Chlor ebenfalls ausgetrieben, die Flüssigkeit in den Kolben zurückgegeben, mit Aetzammoniak alkalisch gemacht und zur Ablagerung des Niederschlages bei Seite gestellt. Man giesst die klare Flüssigkeit von dem Bodensatz ab, sammelt diesen in einem doppelten Filter von je gleicher Schwere, süsst wiederholt und vollständig mit heissem Wasser aus, trocknet und wägt, das äussere Filter als Tara benutzend. Ein aliquoter Theil des trockenen Niederschlags wird gegliiht, der Glührückstand von Neuem gewogen, daraus das Gewicht des gesammten Niederschlags im gegliihten Zustande, hieraus endlich nach Multiplication mit 5 der Gehalt von 100 Grmm. des Rohproducts an löslichem Eisenoxyde berechnet.

ε. Ermittlung der unlöslichen Gemengtheile: man giesst den noch rückständigen Theil von der Lösung von dem Ungelösten ab, sammelt letzteres in einem Filter, süsst wiederholt mit heissem Wasser aus, trocknet scharf und wägt. Das Gewicht entspricht dem Gehalte von 100 Grmm. des Rohproducts an unlöslichen Gemengtheilen.

### Niccolum. (Nickel, Nickelmetall.)

Ni = 29,5.

Ein Schwermetall (spec. Gew. = 8,8 bis 9,0), im Handel pulverig und cohärent vorkommend, in letzterem Zustande, wenn polirt, fast silberweiss mit einem Stich in's Gelbliche, stark glänzend, ziemlich hart, sehr dehnbar, strengflüssig, wird vom Magnete angezogen und kann selbst magnetisch werden. Luftbeständig, wird von Salzsäure und verdünnter Schwefelsäure in der Kälte kaum angegriffen, mehr in der Wärme, unter Auftreten von Wasserstoffgas. Von offic. Salpetersäure wird es ziemlich rasch oxydirt und als salpetersaures Nickeloxydul vollständig (Abwesenheit von Zinn, Antimon, kohligen und kieseligen Theilen) in Lösung übergeführt. Die Lösung ist hellgrün, wird auch nach vorgängigem Zusatze von aufgelöstem essigsäuren Natron durch Gerbsäurelösung nicht violett

Charakteristische Kennzeichen des reinen Nickels.

gefärbt (Abwesenheit von Eisen), auch durch Schwefelsäure und Salzsäure nicht getrübt (Abwesenheit von Blei und Silber). Ebenso indifferent verhält sich Schwefelwasserstoffwasser, wenn es in grossem Uebermaasse zu etwas von der salpetersauren Lösung zugesetzt wird (weiterer Beweis für die Abwesenheit von Blei und Silber, ausserdem von Wismuth, Kupfer und Arsen); wird aber die schwefelwasserstoffhaltige Mischung mit essigsaurem Natron versetzt, so entsteht ein schwarzer Niederschlag von Schwefelnickel. Wird etwas von der concentrirten sauren salpetersauren Lösung zunächst mit etwas von einer concentrirten Lösung von essigsaurem Kali und darauf mit einer concentrirten Lösung von salpeterigsaurem Kali versetzt, so darf auch nach längerer Zeit ein gelber Niederschlag sich nicht einstellen (Abwesenheit von Kobalt). Wird ein anderer Theil von der salpetersauren Lösung nach vorgängiger Verdünnung mit Aetzkaliösung versetzt, so entsteht ein apfelgrüner Niederschlag (Nickeloxydulhydrat), welcher bei weiterem Zusatze des Alkalis nicht verschwindet, auch beim Erwärmen, durch Eintauchen des Cylinders in siedendes Wasser, seine Farbe nicht ändert; die davon abfiltrirte Flüssigkeit giebt beim Hinzutropfen von Schwefelammonium keinen weissen Niederschlag (Abwesenheit von Zink). — Aetzammoniak, ebenso kohlensaures Ammon veranlassen in der salpetersauren Nickeloxydullösung zunächst eine geringe grünliche Trübung, bei weiterem Zusatze hellt sich die Mischung zu einer blauen Flüssigkeit auf, worin etwas von einer Lösung von phosphorsaurem Ammon keine Fällung veranlasst (Abwesenheit von Mangan), Aetzkaliösung aber alles Nickel als apfelgrünes Nickeloxydulhydrat abscheidet (charakteristische Eigenthümlichkeit des Nickels).

*Rohes  
Nickel.*

Das im Handel vorkommende Nickelmetall ist nur sehr selten vollkommen rein (das von der Nickelhütte zu Val-benoit bei Lüttich gelieferte Nickelmetall ist jedoch von Künzel, welcher es analysirte, sehr rein befunden worden; die fremden Einmengungen betragen kaum 1% und bestanden in Kieselsäure und Thonerde), mehrentheils ist es mehr oder weniger (zu 3—14%) durch andere Metalle (Kobalt, Kupfer, Eisen, Arsen, Zinn u. s. w.) verunreinigt, was sich in der oben mitgetheilten Weise erkennen lässt. Behufs der Verwendung zu Legirungen (besonderes Neusilber) wird es gewöhnlich mit Kupfer legirt in den Handel gebracht. Solches Kupfernickel (nicht zu verwechseln mit dem Kupfernickel der Mineralogen, welches eine Verbindung von Nickel mit Arsen =  $Ni^2As$  ist), ist z. B. das Würfelnickel und das Rosettennickel; ersteres weit überwiegend aus Nickel, letzteres aus  $\frac{1}{3}$  Nickel und  $\frac{2}{3}$  Kupfer bestehend.

*Dessen  
Unter-  
suchung.*

Die quantitative Untersuchung solchen kupferhaltigen Nickels wird, unter Berücksichtigung anderweitiger zufälliger (Eisen, Wismuth, Arsen) oder auch absichtlicher Zusätze (Zink, Antimon, Aluminium) folgendermaassen ausgeführt. Man übergiesst in einem Setzkölbchen eine gewogene Menge (2—3 Grmm.) von dem Metalle mit dem 10fachen Gewichte offic. reiner Salpetersäure (spec. Gew. = 1,18) und digerirt längere Zeit in der Wärme, bis eine Einwirkung nicht mehr wahrgenommen wird. Man verdünnt dann mit etwas Wasser, lässt absetzen und giesst die klare Flüssigkeit in eine Porzellanschale ab. Auf den etwaigen ungelösten Rückstand wird von Neuem etwas Salpetersäure gegeben und damit wie früher verfahren. In dem Rückstande, wenn ein solcher vorhanden, können Zinnoxid und Antimonoxid nebst Spuren von Kieselsäure enthalten sein, was ganz in derselben Weise wie bei Cuprum S. 139 angegeben, näher geprüft werden kann. Die vereinigten salpetersauren Flüssigkeiten werden in der Porzellanschale im Wasserbade bis zur Trockene abdunsten gelassen, die Masse dann mit Wasser, dem ein wenig Salpetersäure zugegeben, aufgenommen (ein hierbei ungelöst bleibender röthlicher Rückstand ist Eisenoxyd, möglicher Weise Spuren von Wismuth und Arsen enthaltend), die klare Flüssigkeit in der Schale zurückgebracht, doppelt soviel reine concentrirte Schwefelsäure, als man von dem Metalle in Untersuchung

genommen, zugefügt und das Ganze im Sandbade abermals eingetrocknet. Auf das rückständige Salz wird heisses Wasser gegeben (ein etwaiger weisser Rückstand ist schwefelsaures Bleioxyd, von einem Bleigehalte des Metalles herrührend) und zu der klar gebliebenen oder klar abgegossenen Flüssigkeit ein wenig Salzsäure zugetropfelt (eine weisse Trübung würde auf Silbergehalt hinweisen, in welchem Falle dieses Metall zunächst mittelst Salzsäure als Chlorsilber vollständig ausgefällt werden muss, vgl. S. 140). Man erhitzt hierauf die blei- und silberfreie Lösung in einem Becherglase nahe bis zum Sieden und lässt während dem und unter Umrühren mit einem Glasstabe Schwefelwasserstoffgas einströmen, bis alles Kupfer als Schwefelkupfer abgeschieden ist. Letzteres wird in einem doppelten Filter, von je gleichem Gewichte, gesammelt, mit schwefelwasserstoffhaltigem Wasser ausgesüsst, bis das abfließende Wasser nicht mehr sauer reagirt, dann rasch und scharf getrocknet und gewogen, wobei man das äussere Filter als Tara benutzt. Das Gewicht des Schwefelkupfers (CuS) durch 1,505 getheilt ergibt die entsprechende Menge metallischen Kupfers. Oder man giebt das trockene Schwefelkupfer in eine Porzellanschale, verbrennt das Filter in einem dünnen Porzellanschälchen, fügt die Asche dem Niederschlage zu, übergiesst mit officin. reiner Salpetersäure, setzt etwas Salzsäure zu und erwärmt gelinde, bis der abgeschiedene Schwefel rein gelb erscheint. Man verdünnt mit Wasser, filtrirt, giebt das Filtrat in die Schale zurück, versetzt mit einer angemessenen Menge reiner conc. Schwefelsäure, erwärmt im Sandbade, bis alle Salpetersäure verjagt ist, verdünnt dann mit Wasser, giesst in ein Becherglas über und scheidet nun aus der schwefelsauren Kupferoxydlösung mittelst eines stängeligen Bruchstücks reinen Zinks (welches ohne allen Rückstand in verdünnter Schwefelsäure löslich sein muss) in der S. 148 angegebenen Weise das Kupfer metallisch ab.

Die vom Schwefelkupfer abfiltrirte saure Flüssigkeit und das Aussüswasser werden in einer mehr tiefen als flachen Porzellanschale vereinigt, durch Verdunsten concentrirt, dann siedend heiss mit Aetzkalklösung im Uebermaass gefällt. Man lässt den apfelgrünen Niederschlag von Nickeloxydulhydrat absetzen, giesst die überstehende Flüssigkeit (α) ab, übergiesst von Neuem mit heissem Wasser, lässt wiederum absetzen u. s. w., bis die Flüssigkeit nicht mehr alkalisch reagirt. Man lässt hierauf eintrocknen, giebt den Rückstand in einen tarirten Porzellantiegel, glüht und bestimmt nach dem Erkalten das Gewicht des rückständigen schmutziggrauen Nickeloxyduls. Dieses ergibt durch 1,271 getheilt die entsprechende Menge Nickelmetalls. — Die vom Nickeloxydulhydrat abgegossene alkalische Flüssigkeit (α) darf durch Schwefelammonium auch nach längerer Zeit keine weisse Fällung erleiden, welche, wenn sie eintritt, auf einen Zinkgehalt der Nickellegrirung hinweisen würde.

Wenn übrigens eine vorgängige qualitative Prüfung bereits die Abwesenheit von Zink festgestellt hat, so kann von der Ausfällung des Kupfers durch Schwefelwasserstoff Umgang genommen und das Kupfer aus der blei- und silberfreien schwefelsauren Flüssigkeit unmittelbar durch Zink in der oben angegebenen Weise metallisch ausgefällt werden. Der Nickelgehalt der Legirung ergibt sich dann aus dem Mindergewichte des gewonnenen Kupfers verglichen mit der zur Untersuchung verwandten Gewichtsmenge von der Legirung und nach Abzug des beim Auflösen des salpetersauren Salzes in Wasser zurückgebliebenen Rückstandes und der durch Schwefelsäure und durch Salzsäure bewirkten Niederschläge, wofür nämlich solcher Rückstand und solche Niederschläge stattgefunden haben.

Eine vielfach benutzte Nickellegrirung ist das sogenannte Neusilber (Argentan, chinesisches Weisskupfer, Pakfong). Die wesentlichen Bestandtheile sind Kupfer, Zink und Nickel, jedoch in mannigfaltig wechselnden Verhältnissen, je nach dem Zwecke der Verwendung, und hierauf beziehen sich auch die verschiedenen üblichen Benennungen, so ordinäres Argentan, weisses Argentan, Electrum, Maillechort u. a., in welchen der Nickelgehalt zwischen 10 und 30 % wechselt. Das sogenannte Chinasilber (Perusilber, Alfenide, Christoffelmetall, Alpaka), woraus Kaffee- und Theegeschirre, Gabeln, Löffeln u. s. w. fabricirt werden, ist galvanisch übersilbertes Neusilber, welches etwa 2 % seines Gewichtes Silber enthält. Die nach dem Erfinder benannte Ruolz'sche Legirung besteht aus Kupfer, Nickel und Silber (20—30 %). Das sogenannte Drittelsilber ist eine Legirung von Nickel mit  $\frac{1}{3}$  Silber.

*Nickellegrirungen.*

Analyse  
der Nickel-  
legirungen.

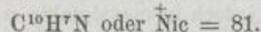
Behufs der Ermittlung der quantitativen Bestandtheilsverhältnisse dieser Legirungen verfährt man in derselben Weise wie bei der quantitativen Analyse des Nickelkupfers. Dabei ist aber zu berücksichtigen, dass die Nickelbestimmung aus dem gewonnenen Nickeloxydul stets etwas zu hoch ausfällt, weil auch bei Anwendung eines grossen Uebermaasses an Aetzkali bei Ausfällung des Nickeloxydulhydrats gleichzeitig mit letzterem auch Zinkoxydhydrat mitniederfällt, somit das in letzter Instanz gewonnene Nickeloxydul zinkoxydhaltig ist.

Am genauesten geschieht, nach Ausfällung des Kupfers durch Schwefelwasserstoff, die Trennung des Zinks vom Nickel auf die Weise, dass man das Filtrat zunächst concentrirt, dann mit Kalilösung in Ueberschuss versetzt, hierauf wässrige Blausäure zufügt, bis sich der Niederschlag vollständig und mit gelber Farbe aufgelöst hat. Aus dieser Lösung, worin das Zink als Cyanzinkkalium und das Nickel als Cyannickelkalium enthalten sind, fällt eine Lösung von Einfach-Schwefelkalium nur das Zink als Schwefelzink aus, während alles Nickel in der Lösung verbleibt. Man stellt das Gemisch verschlossen durch 24 Stunden an einem mässig warmen Orte bei Seite; darauf wird die Flüssigkeit abfiltrirt, der Niederschlag in dem Filter gesammelt, mit Wasser, wozu etwas Schwefelkaliumlösung zugesetzt worden, gewaschen, darauf noch nass mit dem Filtrum in einem Becherglase mit offic. reiner Salzsäure übergossen und erwärmt, wodurch das Schwefelzink unter Entwicklung von Schwefelwasserstoff in Chlorzink übergeführt wird. Die Lösung wird filtrirt, Becherglas und Filter sehr gut ausgesüsst und die Flüssigkeit im Sieden mit kohlen-saurem Natron bis zur alkalischen Reaction versetzt. Nach dem Waschen und Trocknen wird der Niederschlag gegläht und als reines Zinkoxyd gewogen, dessen Gewicht durch 1,245 getheilt die entsprechende Menge metallischen Zinks ergibt. — Das vom Schwefelzink abgeflossene Filtrat, welches alles Nickel, wie schon erwähnt, als Cyannickelkalium enthält, wird, um diese Verbindung zu zerstören, mit Salzsäure in Ueberschuss versetzt, etwas chlor-saures Kali hinzugegeben, die Mischung längere Zeit im Sieden erhalten, dabei gleichzeitig concentrirt und das Nickel endlich in der oben angegebenen Weise durch Aetzkalilösung als Nickeloxydulhydrat ausgefällt.

Prüfung auf  
Kobalt.

Das käufliche Nickel und ebenso auch die Nickellegirungen sind, wie schon erwähnt, mehrentheils auch kobalthaltig. In solchem Falle ist das bei den vorhergehenden Analysen in letzter Instanz erhaltene Nickeloxydulhydrat oder daraus durch Glühen gewonnene graue Nickeloxydul ebenfalls kobalthaltig. Um dies festzustellen und nöthigenfalls auch quantitativ zu ermitteln, löst man das Nickeloxydul in officineller reiner Salpetersäure auf, wovon man einen allzugrossen Ueberschuss vermeidet, versetzt dann zunächst mit aufgelöstem essigsauren Kali und darauf mit einer concentrirten Lösung von salpetrigsaurem Kali und lässt das Gemisch an einem mässig warmen Orte durch 24 Stunden ruhig stehen. Bei Vorhandensein von Kobalt ist mehr oder weniger schnell ein gelber Niederschlag von salpetrigsaurem Kobaltoxydkali (in 100 Th. 13,64 Kobalt enthaltend, vgl. S. 136) entstanden, wovon die kleinste Menge einer auf dem Oehre des Platindraths aufgeschmolzenen Boraxperle zugesetzt und damit erhitzt, letztere dunkelblau färbt. Wird der Niederschlag in einem doppelten Filter von je gleicher Schwere gesammelt, zunächst mit officineller essigsaurer Kalilösung, darauf mit Weingeist ausgesüsst, bei 100° C. getrocknet, gewogen und das Gewicht durch 7,33 getheilt, so ergibt das Product nahehin die entsprechende Menge Kobaltmetalls.

#### Nicotinium. (Nicotinum, Nicotina. Nicotin.)



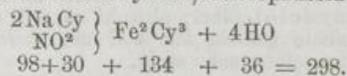
Charakteri-  
stische Kenn-  
zeichen.

Farblose oder wenig gelblich gefärbte, ölige Flüssigkeit von unangenehm, stechenden, tabakähnlichen Geruche; auf Platinblech geträpelt und erwärmt ohne allen Rückstand in Dämpfe übergehend, welche entzündlich sind und mit heller russender Flamme verbrennen. Gegen concentrirte Schwefelsäure verhält es sich dem Coniin ähnlich. Schwerer als Wasser (spec. Gew. bei 15° C. = 1,027), daher beim Einträpfeln darin untersinkend (Unterschied von Coniin) und beim Umschütteln sich lösend

zu einer alkalisch reagirenden Flüssigkeit, ebenso auch mit Weingeist und Aether mischbar. Die wässrige Lösung wird durch Gerbsäure-, Jod- und Kalium-Quecksilberjodidlösung gefällt, ebenso durch Platinchlorid- und wässrige Pikrinsäurelösung im Uebermaass, erleidet durch Chlorkalklösung keine Färbung. Die Lösung in starkem Weingeist wird durch verdünnte Schwefelsäure nicht getrübt (Abwesenheit von Ammoniak). Die wässrige Lösung auf das Auge applicirt ruft bald Erweiterung (Mydriasis), bald Verengerung (Stenocoriasis) der Pupille hervor.

### Nitro-Natrium ferrico-cyanatum.

(Nitro-Natrium-Eisencyanid, Nitroprussid-Natrium.)

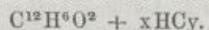


Rubinrothe, luftbeständige Krystalle, in Wasser reichlich löslich zu einer Flüssigkeit von ähnlicher Färbung, welche in Schwefelwasserstoffwasser, und ebenso in Kalkwasser getrüpfelt in beiden Fällen keine wahrnehmbare Reaction veranlasst; werden aber beide Flüssigkeiten zusammengossen, so nimmt das Gemisch sogleich eine prachtvolle violettblaue Farbe an. Es beruht hierauf die Anwendung dieses Präparates als Reagens zur Erkennung geringer Spuren freien Schwefelwasserstoffs, freien Alkali's und alkalischer Sulfurete in Lösungen (z. B. in Mineralwässern).

Charakteristische Kennzeichen.

### Oleum Amygdalarum aethereum.

(Aetherisches Bittermandelöl.)



Fast farblose oder wenig gelblich gefärbte, klare, ölige Flüssigkeit von sehr starkem Geruche nach mit Wasser zerriebenen bitteren Mandeln, schwerer als Wasser (spec. Gew. = 1,04 bis 1,06), daher darin untersinkend, aber beim Umschütteln darin löslich, wenn das Wasser etwa die 200fache Menge davon beträgt. Wird diese Lösung zunächst mit einigen Tropfen Aetzkalklösung versetzt und geschüttelt, darauf ein wenig offic. Eisenchlorürlösung zugefügt, abermals geschüttelt, endlich reine Salzsäure bis zur sauren Reaction zugemischt — so erscheint die Mischung durch Bildung von Berlinerblau blau oder grünlichblau gefärbt, und bei ruhigem Stehen setzt sich ein blauer Bodensatz ab. — In Wasser, welches 10 % Kochsalz aufgelöst enthält, dessen spec. Gew. etwas über 1,07 ist, schwimmt ätherisches Mandelöl auf. Mit Weingeist und Aether in jedem Verhältnisse mischbar. Concentrirteste Salpetersäure löst das Oel ohne Färbung und ohne Gasentwicklung auf. Concentrirte Schwefelsäure färbt sich damit roth.

Charakteristische Kennzeichen.

Die Blausäure ist in ätherischem Mandelöle theils frei, theils chemisch gebunden enthalten, wie man sich leicht bei Prüfung einer mit verdünntem Weingeist bereiteten Lösung mit Höllesteinlösung und aufgelöstem salpetersauren Quecksilberoxydul vor und nach dem Zusatze und Schütteln mit etwas Aetzammoniakflüssigkeit und demnächstiger Wiederentfernung des Ammoniaks durch Salpetersäure überzeugen kann. Will man die Gesamtmenge der Blausäure, welche in den Oelen des Handels wohl zwischen 3 und 14% variirt, quantitativ bestimmen, so wägt man in einem Kölbchen 100 Centigramm. (= 1 Grmm.) von dem Oele ab, fügt dazu 5 Grmm. höchstrectificirten Weingeist, darauf 45 Grmm. destillirten Wassers und verfährt mit dieser Mischung wie bei der Prüfung des

Feststellung des Blausäuregehalts