

gezogen lassen 23,708 CC. Bleilösung übrig, und diese mit 0,008711 multiplicirt, geben 0,2065 Grm. schwefelsaures Kali statt 0,2 Grm.

30 CC. der Lösung des schwefelsauren Kalis erhielten 35,4 CC. Bleilösung. Die ganze Flüssigkeit betrug 65,4 CC., davon 1 Proc. = 0,654 und 2 Proc. = 1,3 CC., diese von 35,4 abgezogen, lassen 34,1 CC. = 0,297 Grm. schwefelsaurem Kali statt 0,300 Grm.

3 Grm. krystallisirtes Bittersalz erhielten 251 CC. Zehend-Bleilösung. Die ganze Flüssigkeit betrug 290 CC.; davon sind 2 Proc. = 5,8 CC. Diese von 251 CC. abgezogen, lassen 245,2 CC. übrig. Diese mit 0,004 multiplicirt, geben 0,9808 Grm. Schwefelsäure = 32,69 Proc. Die Formel verlangt 32,52 Proc.

Als die Flüssigkeit schon sehr weit gefällt war, bemerkte man durch Zusatz von Bleilösung keine fernere Trübung, und dennoch entstand durch Betupfung mit Jodkaliumpapier keine gelbe Färbung. Es wurde deshalb die Fällung so weit fortgesetzt, bis der gelbe Flecken auf Jodkaliumpapier entstand, obgleich keine sichtbare Trübung auch in der klar abgesetzten Flüssigkeit mehr entstand.

Die Methode macht keine Ansprüche auf analytische Genauigkeit, ist aber für alle technische Zwecke hinreichend scharf. Sie hat gegen sich, dass sie zu einer Tüpfelanalyse führt.

## Elftes Capitel.

## Bleioxyd.

## a) Mit schwefelsaurem Kali.

Namen.	Formel.	Atomgewicht.	Abzuwägende Menge für 1 CC. $\frac{1}{10}$ schwefels. Kalilösung = 1 P. Substanz.	1CC. Zehent-schwefelsaure Kalilösung ist gleich
126) Blei . . .	Pb	103,57	1,036 Grm.	0,010357 Grm.
127) Bleioxyd .	Pb O	111,57	1,116 „	0,011157 „

Das Bleioxyd kann aus seinen Lösungen durch eine titrirte Lösung von schwefelsaurem Kali gefällt werden, und das Ende der Operation durch Betupfen von Jodkaliumpapier gefunden werden. Es ist die umgekehrte Operation von der Schwefelsäurebestimmung.

Am besten eignet sich zur Fällung eine Zehend-Lösung von schwefelsaurem Kali, also mit 8,711 Grm. Salz zum Litre gelöst. Das schwe-

felsaure Kali ist sehr leicht in vollkommener Reinheit zu haben; es hat ein grösseres Atomgewicht als das schwefelsaure Natron, und enthält im krystallisirten Zustande kein Krystallwasser. Man zerreibt es in einem Porzellanmörser zu einem ziemlich feinen Pulver, erhitzt dieses in einer Porzellanschale bis es nicht mehr knistert, wägt die richtige Menge ab und löst sie in destillirtem Wasser. Zur Betupfung dient ein mit Jodkalium und etwas unterschwefligsaurem Natron bestrichenes und getrocknetes weisses Schreibpapier. Die schwefelsaure Kalilösung wird so lange zugesetzt, bis ein mit dem Glasstabe herausgenommener kleiner Tropfen auf dem Jodkaliumpapier keinen gelben Flecken mehr erzeugt. Man lasse jedesmal etwas absetzen, damit man nichts von dem Niederschlage des schwefelsauren Bleioxyds auf das Jodkaliumpapier bringe, weil sich dies ebenfalls in Jodblei umsetzt.

Wenn sich Zehent-Bleilösung und zehentschwefelsaure Kalilösung zu gleichen Volumen zersetzen, so gäbe die Methode richtige Resultate. Bei einer Prüfung dieses Verhaltens erforderten:

Zehent-Bleilösung.	Zehent Schwefelsaure-Kalilösung.
1) 25 CC.	24,6 CC.
2) 25 „	24,6 „
3) 50 „	49,4 „

Es kommen also die Resultate den Voraussetzungen einer aufgehenden Zersetzung sehr nahe. Dass man weniger von dem schwefelsauren Kali gebraucht, scheint anzudeuten, dass sich etwas salpetersaures Bleioxyd mit dem Niederschlage zu Boden begeben. Die Methode hat für hüttenmännische Zwecke den Vortheil, das Blei aus allen Lösungen heraus allein bestimmen zu können, da keines der anderen mit ihm vorkommenden Metalle durch Schwefelsäure niedergeschlagen wird. Es wird meistens von selbst in saurer salpetersaurer Lösung erhalten. Es ist wesentlich, die freie Säure möglichst abzustumpfen, da das schwefelsaure Bleioxyd in verdünnter Salpetersäure sehr löslich ist. Dies ist auch die schwache Stelle der Methode. Eine saure Bleilösung kann man gar nicht ausfällen.

#### b) Mit Schwefelnatrium.

Eine andere Fällung mit Schwefelnatrium ist von Flores Domonte angegeben worden. Es wird dabei Schwefelblei gefällt. Das Ende der Operation soll daran erkannt werden, dass keine Schwärzung der abgeklärten Flüssigkeit mehr stattfindet. Die Bleilösung darf auch nicht sauer sein, weil sonst Schwefelwasserstoff entwickelt wird. Die Fällung und Wiederauflösung des Bleioxyds durch Kalilösung ist unthunlich, weil ein zu grosser Ueberschuss von Kalilösung erfordert wird, und dieses frei von Kohlensäure, Schwefelsäure und Chlor sein muss.

Wenn die Fällung bei einer dem Sieden nahen Temperatur stattfindet, so ballt allerdings der grösste Theil des Schwefelbleies zu Flocken

zusammen, allein die überstehende Flüssigkeit ist noch bräunlich gefärbt und lässt eine schwache Trübung kaum noch erkennen. Erwägt man, dass alle das Blei begleitende Metalle, wie Kupfer, Eisen, Zink, ebenfalls von Schwefelnatrium gefällt werden, so hat man nur geringen Nutzen von der Methode zu erwarten.

## Zwölftes Capitel.

## J o d k a l i u m.

Namen.	Formel.	Atomgewicht.	Abzuwägende Menge für 1 CC. Sublimatlös.=1Pc. Substanz.	1 CC. Sublimatlösung ist gleich
128) 2 At. Jod	2 J	253,76	2,537 Grm.	0,025376Grm.
129) 2 At. Jodkalium	2 Ka J	331,98	3,320 "	0,033198 "

1 At. Jodkalium (165,99) und 1 At. Quecksilberchlorid (135,51) setzen sich, wenn die Lösungen zusammenkommen, in Chlorkalium und rothes Quecksilberjodid um. So lange noch freies Jodkalium vorhanden ist, löst dieses das gefällte Quecksilberjodid zu einer farblosen, leicht löslichen Verbindung, Kalium-Quecksilberjodid ( $Ka J + Hg J$ ), auf. Jeder Ueberschuss von Quecksilberchlorid erzeugt einen anfänglich gelben, nachher lebhaft rothen, krystallinischen Niederschlag von Quecksilberjodid. Ist das Jodkalium nicht völlig rein, so tritt diese Fällung früher ein, als bei einem reinen Salze, und es ist die zugesetzte Menge Quecksilberchlorid, welche nothwendig war, die erste Spur von bleibender Fällung zu erzeugen, das Maass des vorhandenen Jodkaliums.

Die Maassflüssigkeit ist Zehentnormal und enthält  $\frac{1}{10}$  At. Quecksilberchlorid oder Sublimat. Man hat demnach 13,551 Grm. Quecksilberchlorid, welcher Körper sehr leicht in der grössten Reinheit zu haben ist, zu 1 Litre zu lösen. Man wägt das Quecksilberchlorid im gepulverten Zustande ab, löst es durch Kochen in einer kleineren Kochflasche auf und bringt die klare Lösung jedesmal in die Litreflasche, bis alles Salz vollkommen klar gelöst ist. Bei dieser Analyse wird, genau wie bei der Liebig'schen Cyanbestimmung, nur die Hälfte des Jodkaliums zersetzt, man hat also die doppelte Menge in Anrechnung zu bringen. 1 At. Quecksilberchlorid bis zur bleibenden Fällung durch Jodkalium zersetzt, zeigt 2 At. Jodkalium an, und da unsere Lösung