tion. Hätte man dieses allein angewandt, so brauchte man keine Röhrenverstopfung zu fürchten. Zugleich ist es ein gutes Trinkwasser, doch nicht so gut als die vorigen, weil es weniger kohlensauen Kalk, also auch weniger Kohlensäure enthält. Will man dieses Wasser von kohlensaurem Kalk frei zum Fabrikgebrauche haben, so muss man eben so viel gelöschten Kalk hinzuthun, als es bereits kohlensauen Kalk enthält, dann wird die freie Kohlensäure gebunden, und die ganze Menge des kohlensauren Kalkes setzt sich ab. Die Anwesenheit von salpetersaurem Ammoniak in diesen Quellen, welche ich ganz unzweifelhaft bestätigt habe, ist ein so aussergewöhnliches Vorkommen, dass es wohl einige Aufmerksamkeit verdient.

LXXIII.

Reinigung der Schwefelsäure mit einem Atom Wasser zu genauen Analysen und gerichtlich-medizinischen Untersuchungen.

Von

JACQUELAIN.

(*Compt. rend. Mai 1842. p. 612.*)

Ich vermische eine durch destillirten Schwefel rein erhaltene Schwefelsäure mit einer geringen Menge wässriger Chlorauflösung, und um endlich alles Chlor und alle in diesem Falle gebildete Chlorwasserstoffsäure zu verjagen, bringe ich das Gemenge einige Minuten lang zum Sieden. Wenn die Schwefelsäure diese Proben überstanden hat, ist sie vollständig frei von Salpetersäure, schwefliger und Chlorwasserstoffsäure.

Folgendes sind die Experimente, welche das Gesagte bestätigen:

100 Gr. Schwefelsäure, mit 500 Gr. destillirtem Wasser vermischt, verloren durch salpetersaures Silber durchaus nicht an Klarheit.

100 Gr. destillirtes Zink wurden zu salpetersaurem Zink aufgelöst, und die hinreichend verdünnte Auflösung trübte sich gar nicht durch Chlorbaryum.

Nachdem ich diess festgestellt hatte, behandelte ich 75,96

386 Jacquelain, Reinigung der Schwefelsäure etc.

von demselben Zink mit 200 Gr. von der auf obige Weise gereinigten Schwefelsäure. Dabei bediente ich mich eines Waschapparates, der in einem Stücke aus 7 Kugeln bestand, welche oben und unten mit einander durch enge Krümmungen verbunden waren. Der Apparat enthielt eine Auflösung von Chlorgold, und das Wasserstoffgas reducirte, wenn es durch die Auflösung in allen diesen Kugeln ging, nicht die geringste Menge Goldsalz.

Um diesem Resultate des Gepräges der grössten Bestimmtheit zu geben, wiederholte ich den Versuch mit einer gleichen Menge Zink und 200 Gr. Schwefelsäure, die blos durch Schwefel gereinigt war; kaum hatten 60 Cb. C. Wasserstoffgas das Goldsalz in meinem Apparate durchstrichen, als ich in der ersten Kugel meines Apparates einen schwarzen Niederschlag von Schwefelgold sich bilden sah, der sich nach 1 oder 2 Tagen in metallisches Gold reducirte, wegen des überschüssigen Chlorgoldes. Nach Beendigung der Operation nahm ich den Apparat auseinander und untersuchte die Goldauflösung mit Chlorbaryum; ich erhielt in der That unlöslichen schwefelsauren Baryt, trotz eines kleinen Zusatzes von Chlorwasserstoffsäure.

Aus allem diesen kann man schliessen, dass weder Schwefel im Zink war, noch auch Chlorwasserstoffsäure in der zuerst angewandten, mit Schwefel und Chlor gereinigten Schwefelsäure.

Jetzt will ich eine Uebersicht dessen geben, was aus den sehr genauen, in der beigelegten Tabelle verzeichneten Versuchen folgt:

1) Schwefelsaures Eisenoxydul in Auflösung ist ein Reagens von äusserster Empfindlichkeit, um in der Schwefelsäure Spuren von den Säuren des Stickstoffes anzugeben (diese wahre Thatsache verdanken wir den Beobachtungen des Hrn. Desbassaye); aber diess ist kein Specialmittel für quantitative Analysen, wenn man erwägt, dass Salpetersäure, salpetrige Säure und salpetersaure Salze sich, wo Schwefelsäure und schwefelsaures Eisenoxydul zugegen sind, in gleicher Weise verhalten. Ausserdem zeigt dieselben Charaktere der Färbung die von Hrn. Péligot untersuchte Verbindung von Stickstoffoxyd und schwefelsaurem Eisenoxydul, wenn man sie allmählig mit ganz reiner Schwefelsäure vermischt.

2) Im Gegentheil, wenn es sich darum handelt, beträcht-

Jacquelain, Reinigung der Schwefelsäure etc. 381

liche Quantitäten von freien Säuren des Stickstoffes, oder deren Verbindungen, zu entdecken, so muss man die Schwefelsäure und das schwefelsaure Eisenoxydul lieber durch Chlorwasserstoffsäure und Blattgold ersetzen, welche man mit der verdächtigen Flüssigkeit zum Kochen bringt, mit Vorbehalt einer nachherigen Anwendung von Zinnchlorür oder Indigoauflösung. Man erhält gleichfalls gute Anzeigen, wenn man Kupferspäne mit concentrirter Schwefelsäure zusammen leicht erwärmt und mit dem Wasser, das zur Beförderung der Einwirkung der Schwefelsäure hinzugehan wird, die zu untersuchende Substanz vermischt.

Sollte es sich treffen, dass die salpetrigsauren Dämpfe durch dieses Verfahren nicht ganz deutlich sich zeigten, so braucht man sie nur durch einen Apparat in Schwefelsäure zu leiten, welche noch einige Tropfen schwefelsaures Eisenoxydul auflöst enthält.

3) Was das schwefelsaure Kupferoxyd betrifft, so äussert es unter denselben Bedingungen wie das Eisenoxydulsalz selbst nach 12 Stunden keine Einwirkung weder auf Stickstoffoxyd noch auf die Säuren des Stickstoffes oder deren Salze; wenn Herr Desbassaye eine Färbung bemerkt hat, so war ganz gewiss sein Kupfer nicht ganz eisenfrei, oder die Glocke, welche das Stickstoffoxyd enthielt, war nicht durch Waschungen mit Stickstoffoxyd von Luft befreit, und seine Auflösungen waren nicht durch eine passende Temperaturerhöhung ihres Luftgehaltes entledigt.

4) Endlich giebt die Empfindlichkeit von Eisenvitriol für eine mit Salpetersäure, oder salpetriger Säure und deren Metallsalzen, gemengte Schwefelsäure bis zu $\frac{2}{1000000}$ dieser Verbindungen an.

10000 Th. $\text{SO}_3\text{H}_2\text{O}$	+7	$\left\{ \begin{array}{l} \text{salpetrige oder} \\ \text{Salpetersäure od.} \\ \text{deren Aequival.} \\ \text{in salpetersauren} \\ \text{Salzen.} \end{array} \right\}$	$\left\{ \begin{array}{l} \text{Intensives Weinroth mit} \\ \text{Eisenvitriol.} \\ \text{Intensives Roth mit Narcotin.} \\ \text{Entschiedenenes Roth mit Ei-} \\ \text{senvitriol.} \\ \text{Bernsteingelb mit Narcotin.} \\ \text{Schwachenes Roth mit Eisen-} \\ \text{vitriol.} \\ \text{Bernsteingelb mit Narcotin.} \\ \text{Merklich rothe Färbung mit} \\ \text{Eisenvitriol.} \\ \text{Bernsteingelb mit Narcotin.} \end{array} \right\}$	
1000000 — — —	+8			— — —
1000000 — — —	+7			— — —
1000000 — — —	+4			— — —
1000000 — — —	+4			— — —

382 Jacquelain, Reinigung der Schwefelsäure etc.

1000000 Th. $\text{SO}_3\text{H}_2\text{O} + 3$	$\left\{ \begin{array}{l} \text{salpetrige oder} \\ \text{Salpetersäure od.} \\ \text{deren Aequival.} \\ \text{in salpetersauren} \\ \text{Salzen.} \end{array} \right\}$	$\left\{ \begin{array}{l} \text{Sehr schwach Rosig mit Ei-} \\ \text{senvitriol.} \\ \text{Bernsteingelb mit Narcotin.} \\ \text{Kaum merklich rosenrothe} \\ \text{Färbung mit Eisenvitriol.} \\ \text{Bernsteingelb mit Narcotin.} \\ \text{Zweifelhafte Färbung.} \\ \text{Bernsteingelb mit Narcotin.} \end{array} \right\}$
1000000 — — — +2 — — —		
5000000 — — — +3 — — —		

Beim ersten Anblick dieser Tabelle wundert man sich, dass man die Färbung durch Narcotin nicht nach Maassgabe der abnehmenden Mengen der Stickstoffsäure schwächer werden sieht.

Ausserdem ist zu bemerken, dass die Nüancen der mit Narcotin behandelten Flüssigkeiten sich in einigen Stunden beträchtlich verdunkeln, während die durch Eisenvitriol hervorgerufenen mehr und mehr verschwinden.

Trotz dieses Gegensatzes in den Resultaten beider Reagentien ist es leicht, eine Wahl zu treffen und zwar durch nachfolgenden Versuch:

Wenn man Schwefelsäure nimmt, die mit Schwefel und Chlor gereinigt ist, und zu dieser mit den unten angegebenen Vorsichtsmaassregeln Eisenvitriol hinzusetzt, so zeigt sich gar nichts, während, wenn man gepulvertes Narcotin auf die Oberfläche einer gleichen Menge Schwefelsäure fallen lässt, die mit einigen Tropfen Wasser bedeckt ist, und man nun die Mischung langsam vornimmt, man noch immer eine bernsteingelbe Färbung erhält, die nach einigen Stunden in Orangeroth übergeht.

Man muss also das letztere Reagens als unzuverlässig bezeichnen und den Eisenvitriol beibehalten. Folgende sind nun die Vorsichtsmaassregeln, die den Erfolg des Versuches am besten bedingen.

Man arbeite mit wenigstens 50 Gr. Schwefelsäure, schütte auf die Oberfläche 0,5 Gr. destillirtes Wasser, lasse die durch Berührung beider Flüssigkeiten erregte Wärme sich zerstreuen, thue alsdann ungefähr 10 Tropfen Eisenvitriol hinzu und mache die Mischung langsam, um eine Temperaturerhöhung zu vermeiden, die im Stande ist, die violette Färbung zu zerstören, welche durch die Anwesenheit einer Stickstoffsäure in der Schwefelsäure hervorgerufen wird.