Baryt, chromsaurem Quecksilberoxydul, chromsaurem Chromchlorid, Chromoxyd und Chromalaun geprüft und sehr gute Resultate erhalten. Ferner wurde ein Chrom-eisenstein, der 36,2 – 36,4 Proc. Chromoxyd, und Chrom-ocker von Halle, der 4,9 – 2,1 Proc. Chromoxyd ergab, auf die angeführte Weise analysirt (*Annal. der Chem. u. Pharm. Bd. 69. p. 209.*) Geiseler.

Trennung des Antimons von Arsenik.

C. Ullgren oxydirt, wenn Antimon und Arsen sich in einer salzsauren Auflösung befinden, das Arsen durch Chlor oder ein unterchlorigsaures Alkali zur Arsensäure, mischt zu der Lösung Weinsäure in grossem Ueberschusse, darauf ein lösliches Talkerdesalz und übersättigt, zuletzt mit Ammoniak. Es schlägt sich dann basisch arsensaure Ammoniaktalkerde nieder, während vom Antimon nichts gefällt wird. Der Niederschlag wird mit verdünntem Ammoniak ausgewaschen. Beide Körper sind nun getrennt und können nach den gewöhnlichen Verfahrungsweisen leicht für sich der Menge nach bestimmt werden. Will man indessen das Arsen quantitativ bestimmen, ohne den Talkerdeniederschlag mit Salzsäure und Schwefelwasserstoff, nach vorhergehender Reduction durch schweflige Säure, zu behandeln, so löst man das Talkerdesalz in Salpetersäure, verdunstet die Auflösung im Platintiegel zur Trockne, wägt eine gewisse Menge gebrannter Talkerde hinzu, rührt das Ganze mit wenig Wasser zu einem dicken Brei an, verdunstet diesen zur Trockne und erhitzt zum Glühen. Auf diese Weise wird das Ammoniak durch die Talkerde ausgetrieben, ohne dass dabei eine Reduction von Arsen statt finden kann, wie es leicht geschehen konnte, wenn man die Lösung in Salpetersäure abdampft und den Rückstand des salpetersauren Ammoniaks für sich erhitzt. Nach Abzug der hinzugesetzten Talkerde wird die Arsensäure aus dem Rückstande berechnet, welcher $2\text{MgO} + \text{AsO}_5$ enthält,

400 Theile dieses Salzes entsprechen 73,593 Theilen Arsensäure oder 48,018 Arsen. (*Annal. d. Chem. u. Pharm. Bd. 69. p. 363.*) Geiseler.

Verfahren bei Ermittlung von Arsen-Vergiftungen.

Wöhler bemerkt, dass die Anwendung von Chlorgas entweder unmittelbar, oder nach vorhergegangener Auflösung der organischen Masse in der geringsten nöthigen

Menge Kalilauge, meistens am besten geeignet ist, um das Arsen in eine filtrirbare Flüssigkeit zu bringen und die organische Masse, in welcher es enthalten ist, zu zerstören oder zu verändern. Nach Entfernung des überschüssigen Chlors durch längere gelinde Digestion wird die Flüssigkeit abfiltrirt, durch einen Tage lang hineingeleiteten Strom von Schwefelwasserstoffgas gesättigt und damit verschlossen wenigstens 24 Stunden lang hingestellt. Eine vorherige Reduction der Arsensäure zu arseniger Säure mittelst schwefliger Säure hält Wohler nicht für so zweckmässig, als die Erhitzung der von Chlor befreiten Flüssigkeit bis zu etwa 70° und Sättigung derselben bei dieser Temperatur mit Schwefelwasserstoffgas, weil dadurch die Arsensäure eben so rasch in Schwefelarsen verwandelt und gefällt wird, als die arsenige Säure bei gewöhnlicher Temperatur. Der Niederschlag enthält ausser dem Schwefelarsenik stets noch mitgefällte schwefelhaltige organische Materie, die durch Salpetersäure allein nicht zerstört werden kann, die aber nothwendig zerstört werden muss, weil sie bei der nachherigen Anwendung des sonst so bequemen und sichern Marsh'schen Apparats hinderlich wirken und Irrungen veranlassen kann. Die Zerstörung der organischen Masse wird nun nach Wöhler leicht und sicher auf folgende Weise erreicht:

Das Filtrat mit dem Niederschlage wird in einen geräumigen Porcellantiegel gelegt, darin mit concentrirter Salpetersäure übergossen und so lange damit digerirt, bis Alles homogen geworden ist. Die darin enthaltene freie Salpetersäure wird dann durch allmäligen Zusatz von reinem kohlensauren Natron gesättigt und die Masse vorsichtig zur Trockne verdunstet. Es muss ein Ueberschuss von salpetersaurem Natron vorhanden sein. Der Tiegel wird nun bis zum Schmelzen des salpetersauren Natrons erhitzt. Zuerst bräunt und schwärzt sich die Masse, dann wird sie ohne Verpuffung und Feuererscheinung geschmolzen zu einem klaren farblosen Liquidum. Alle organische Materie ist jetzt vollständig zerstört, alles Arsen in arsen-saures Natron verwandelt. Auf die erkaltete und erstarrte Salzmasse im Tiegel wird nun allmähig concentrirte reine Schwefelsäure getropft, und damit zuletzt so lange gelinde erwärmt, bis nach Zusatz von überschüssiger Säure alle Salpetersäure und salpetrige Säure vollkommen ausgetrieben sind, und die Masse in saures schwefelsaures Natron verwandelt ist. Sie wird jetzt in der kleinsten Menge heissen Wassers aufgelöst und die Auflösung in der bekannten Weise in den Marsh'schen Apparat gebracht.

Salzsäure-haltige Salpetersäure und Chlornatrium-haltiges kohlensaures Natron müssen sehr vermieden werden, weil dadurch leicht Chlorarsen gebildet werden kann, welches sich beim Schmelzen verflüchtigt.

Zur Sättigung der mit Salpetersäure oxydirten Masse kann auch kohlensaures Kali angewendet werden; Natron verdient aber den Vorzug, weil mittelst desselben etwa vorhandenes Antimon in der geschmolzenen Masse als antimonisches Natron erhalten wird, welches vor der Auflösung der Masse mit Schwefelsäure bei der Auflösung in Wasser ungelöst zurückbleibt. Hätte die vergiftete Substanz Kupfer enthalten, so würde dieses sich bei dem oxydirenden Schmelzen des salpetersauren Salzes sichtbar als schwarzes Oxyd in der schmelzenden Masse ab scheiden.

Ob ein an der glühenden Stelle in dem Glasrohr vermittelst des Marsh'schen Apparats gebildeter Spiegel aus Arsen oder aus Antimon bestehe, ist dadurch ganz leicht zu unterscheiden, dass ein Spiegel von Antimon, wenn er von neuem in dem Wasserstoffgasstrom erhitzt wird, sich sehr viel schwerer verflüchtigt, als Arsen, dass er dabei dem ausströmenden Gase nicht den geringsten Knoblauchgeruch ertheilt, und dass er vor der Verflüchtigung schmilzt. Betrachtet man ihn, nachdem man die Stelle mit der Spirituslampe bis zum Glühen der Röhre erhitzt hat, mit der Loupe, so erkennt man sehr deutlich, dass er am Rande geschmolzen ist und zum Theil wohl unterscheidbare, glänzende Antimonkugeln gebildet hat.

Unreine Reagentien und Gerätschaften müssen, darauf macht Wöhler am Schlusse noch besonders aufmerksam, mit Sorgfalt vermieden werden, damit man nicht Arsen in die Untersuchung bringe, und es da finde, wo es ursprünglich nicht war. (*Annal. der Chem. u. Pharm. Bd. 69. p. 364.*)

Geiseler.

Atakamit.

Ulex bemerkt, dass sich unter den von Valparaiso in Hamburg importirten Kupfererzen auch der Atakamit finde, und zwar bald in ansehnlichen Krystalldrusen in einem lockern, erdigen, thonreichen Quarz, bald als eine dünne Krystallrinde einen Kupferglanz von bräunlich bleigrauer Farbe überziehend, bald als fast 2 Linien lange Prismen in einem erdigen Rotheisensteine liegend. Die Analyse desselben ergab 3 Aeq. Kupferoxyd, 4 Aeq. Kupfer, 4 Aeq. Chlor und 3 Aeq. Wasser. Hiernach bestätigt sich