II. Chemische Analyse anorganischer Körper.

Von

E. Hintz, unter Mitwirkung von H. Weber.

Zur directen Bestimmung von Kali und Natron nach der Bitartratmethode versetzt A. Bayer ¹⁾ die alkalibaltige Lösung mit so viel kohlensaurem Natron, als der vorhandenen Schwefelsäure, Phosphorsäure und Salzsäure entspricht und hierauf mit Essigsäure und Weinsteinsäure im Ueberschuss. Die Bildung des Kaliumbitartrats wird durch Erhitzen vervollständigt, und schliesslich wird so viel absoluter Alkohol zugefügt, dass dessen Gehalt in der Flüssigkeit 25 Procent beträgt. Nach 2stündigem Absitzen wird die klare Lösung durch ein Filter gegossen, der Niederschlag zum Zweck der vollständigen Lösung des Natriumbitartrats nochmals und, wenn nöthig, wiederholt mit einer gemessenen Menge 25procentigen Alkohols behandelt und mit 50procentigem Alkohol ausgewaschen. Der Niederschlag sammt Filter wird kochend unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indicator mit $\frac{1}{20}$ Normalnatronlauge titirt.

Bei der Analyse einer Pottasche verfährt der Verfasser in folgender Weise:

15 g Substanz werden in 500 cc Wasser gelöst. 25 cc der Lösung versetzt man im Becherglase mit 0,3 g krystallisirtem Natriumcarbonat und etwa 6 cc 80procentiger Essigsäure, fügt dann 2,4 g krystallisirte Weinsteinsäure hinzu und erhitzt. Nach dem Erkalten gibt man 11 cc absoluten Alkohol hinzu, mischt und lässt 2 Stunden stehen. Nach dem Abfiltriren der Lösung versetzt man mit weiteren 30 cc 25procentigen Alkohols, mischt während 2—3 Minuten, filtrirt ab und wäscht mit 50procentigem Alkohol so lange aus, bis etwa 5 cc des Filtrats, mit etwas Lackmustinctur versetzt, nur 2 Tropfen $\frac{1}{20}$ Normalnatronlauge zur Neutralisation erfordern. Auf diese Weise ergeben sich also 60 cc 25 Procent Alkohol enthaltendes Filtrat, und werden etwa 60 cc 50procentigen Alkohols zum Auswaschen verbraucht. Sowohl für diese wie für jene ist eine Correctur anzubringen, und zwar kommen nach den von dem Verfasser festgestellten Löslichkeitsverhältnissen für 100 cc 50procentigen Alkohols 2,4 cc und für 100 cc 25procentigen Alkohols

¹⁾ Chemiker-Zeitung 17, 686; vom Verfasser eingesandt.

7,0 cc $\frac{1}{20}$ Normalnatronlauge in Rechnung. Die hiernach sich ergebenden Cubikcentimeter sind einfach der bei der Titration verbrauchten Menge $\frac{1}{20}$ Normalnatronlauge zuzuzählen.

Natriumbitartrat wird sich bei obiger Behandlung vollständig lösen, da die Löslichkeit desselben in verdünntem Alkohol fast 15mal so gross ist wie diejenige des Kaliumbitartrats. Die bei der Methode angewandten Mengen von verdünntem Alkohol werden daher bei der Analyse von Pottaschen wohl in allen Fällen zur Entfernung des Natriumbitartrats hinreichen. Hat man dagegen ein unbekanntes Salzgemenge, so gibt das Aussehen des erhaltenen Niederschlags einen Anhaltspunkt, um etwa mit ausgeschiedenes Natriumbitartrat zu erkennen; dasselbe wird durch eine nadelförmige Krystallbildung angezeigt. Man hat in solchem Falle den Niederschlag wiederholt mit 25procentigem Alkohol zu behandeln und dabei zu trachten, stets eine gesättigte Lösung von Natriumbitartrat zu erhalten. Für die gesättigten Waschflüssigkeiten ist nämlich keine Correctur erforderlich, da Kaliumbitartrat in einer gesättigten Lösung von Natriumbitartrat ganz unlöslich ist. Erst wenn der Niederschlag die körnige Structur des Kaliumbitartrats zeigt und frei von nadelförmigen Krystallen des Natriumbitartrats ist, wird der Löslichkeitscoefficient des ersteren in Rechnung gebracht.

Bei Gegenwart von Ammoniak ist natürlich die Anwendung der Methode ausgeschlossen; dasselbe muss also vorher verjagt werden.

Der Verfasser brachte seine Methode bei der Analyse eines Gemisches von Kaliumsulfat und Chlornatrium in Anwendung.

Es war vorhanden Kali 0,4779 g.

Erhalten wurde nach der Platin-Methode . 0,4770 g,

« « « « Bitartrat-Methode 0,4785 g.

Die Bestimmungen in verschiedenen Pottaschen ergaben Kali:

Nach der Platin-Methode . 53,53, 53,00, 49,12, 59,08 %

« « Bitartrat-Methode 53,45, 53,02, 49,36, 58,90 «

Der Verfasser hat ferner eine schnell ausführbare Methode zur directen Bestimmung des Natrons ausgearbeitet. Dieselbe fusst auf der Thatsache, dass Natriumbitartrat in 25procentigem Alkohol etwa 15mal löslicher ist als Kaliumbitartrat, also etwa 2 g pro 100 cc. Weiter setzt sich Ammoniumbitartrat in Gegenwart von Kaliumsalzen in Kaliumbitartrat um, und Ammonsalze gehen in Lösung; schliesslich entspricht, nach Versuchen des Verfassers, das in einer 25procentigen alkoholischen Lösung

in Gegenwart von einem Ueberschuss von Ammoniumbitartrat gefundene Kaliumbitartrat nur einem Drittel der dem Löslichkeitscoefficienten entsprechenden Menge. Es ist also die Existenz eines Bitartrats der abgekürzten Formel ($\frac{1}{3} \text{K} + \frac{2}{3} \text{NH}_4$) T_2 anzunehmen.

Bei der Bestimmung des Natrons verfährt Bayer folgendermaassen: Von einer Pottaschelösung, welche etwa 15 g in 500 cc enthält, werden 150 cc in einem Becherglase mit 20 cc 80 procentiger Essigsäure versetzt. Man erhitzt, fügt 16 g krystallisirtes, trocknes Ammoniumbitartrat hinzu und bringt fast zum Kochen. Nach dem Erkalten werden Flüssigkeit sammt Niederschlag in einen 250 cc-Kolben gebracht und mit sehr wenig Wasser vollständig nachgespült. Hierauf werden 63 cc absoluten Alkohols zugefügt, und wird der Kolben bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt. Nach zweistündigem Stehen bei gewöhnlicher Temperatur giesst man durch ein trocknes Filter, verdampft 200 cc des Filtrats in einer Porzellanschale unter Zusatz von etwa 3 cc concentrirter Salpetersäure und erhitzt den Rückstand zum Glühen, wobei die vorhandene Weinsteinsäure verkohlt und die Ammonsalze verjagt werden. Man löst in Wasser, versetzt mit Chlorbaryum und dann mit Ammon und kohlensaurem Ammon, filtrirt, wäscht aus, verdampft in einer gewogenen Platinschale zur Trockne und erhitzt. Von dem Gewicht der sich ergebenden Chloralkalien ist für Chlorkalium der berechnete reducirte Coefficient abzuziehen, also für die angewandten 200 cc filtrirte Flüssigkeit $\frac{1}{3} \times \frac{2 \times 7 \times 7,46}{1000} = 0,0348 \text{ g}$ Chlorkalium. In Uebereinstimmung hiermit erhielt Bayer aus dem Salzgemenge 0,112 g Kaliumplatinchlorid, entsprechend 0,03446 g Chlorkalium.

Sollte in einem Falle zu befürchten sein, dass die sich ergebende Lösung der Bitartrate nicht alles Natron enthält, so hätte man die ursprüngliche Lösung nur weiter zu verdünnen.

In einem Gemische von Kaliumsulfat und Chlornatrium wurden von dem Verfasser auf 500 cc Lösung 1,005 g Chlornatrium angewandt und die Lösung in der gleichen Weise verarbeitet, wie bei der Analyse der Pottasche. Es wurden erhalten:

Chlornatrium und Chlorkalium . . .	0,2780 g
hiervon ab Chlorkalium	0,0348 g
bleibt Chlornatrium	<u>0,2432 g;</u>

auf 500 cc berechnet, ergibt sich also Chlornatrium 1,013 g.