

und IV auf die Gegenwart von Baryum- und Strontiumsulfat zu untersuchen.

Ausserdem ist zur grösstmöglichen Vermeidung des erwähnten Fehlers bei der qualitativen Analyse für diese Gruppentrennung nur frisch bereitetes, demnach schwefelsäurefreies, Schwefelammonium anzuwenden.

Esch a. d. Alzette, November 1904.

Qualitativer Nachweis von Eisenoxydul neben Eisenoxyd.

Von

L. Blum.

Ich habe versucht, die bekannte Reaktion¹⁾ zum Nachweis der Salpetersäure mittels Schwefelsäure und konzentrierter Ferrosulfatlösung, bestehend in dem Auftreten der braunen Färbung, hervorgerufen durch die eigentümliche Stickoxyd-Eisenoxydulverbindung, umgekehrt auch auf den Nachweis des Eisenoxyduls anzuwenden. Die auf Eisenoxydul zu prüfende Flüssigkeit wurde zu diesem Zwecke mit dem gleichen Volum konzentrierter Schwefelsäure versetzt und mit Salpetersäure überschichtet. Der Versuch schlug jedesmal fehl, weil die Flüssigkeiten sich mischten, und weil auch die dabei sich entwickelnde Wärme das Auftreten der bekannten Braunfärbung verhinderte.

Die Reaktion gelingt jedoch, wenn man anstatt mit Salpetersäure zu überschichten, einen grösseren Kaliumnitratkristall in die mit Schwefelsäure in starkem Überchuss versetzte, auf Eisenoxydul zu prüfende Lösung eingleiten lässt. Bei nur geringen Mengen vorhandener Eisenoxydulverbindungen zeigen sich bald, vom Salpeterkristalle ausgehend, charakteristisch rot gefärbte Streifen, bei grösseren Mengen dunkelbraun werdend und die ganze Peripherie des Kristalls einnehmend. Die Färbung dauert auch bei Anwesenheit geringer Mengen Eisenoxydul mehrere Stunden lang, und ich halte die Reaktion in dieser Modifikation für sehr geeignet, zum Nachweis des Eisenoxyduls zu dienen. Sie ist in den Fällen der Ferridcyankaliumreaktion vorzuziehen, wo gleichzeitig

¹⁾ Nach R. Fresenius, Anleitung zur qualitativen chem. Analyse, 16. Aufl., S. 320.

andere Metalloxyde vorhanden sind, welche durch Ferridcyankalium ebenfalls gefällt werden.

Zur Ausführung der Reaktion bringt man einen kleinen Teil der auf Eisenoxydul zu prüfenden Lösung in einen Reagenszylinder, gibt das gleiche Volumen konzentrierte Schwefelsäure hinzu, kühlt ab und lässt bei schief gehaltenem Zylinder einen grösseren Kristall Kaliumnitrat in die so präparierte Lösung eingleiten. Hierauf bewegt man den Zylinder ein wenig und beobachtet die Färbung. Durch das Auftreten der oben erwähnten Rot- bis Braunfärbung ist die Gegenwart des Eisenoxyduls erwiesen.

Sind grössere Mengen von Chlormetallen vorhanden, welche die Empfindlichkeit der Reaktion beeinträchtigen können, so erhitzt man nach dem Zusatz von Schwefelsäure bis zum Sieden und verfährt dann erst, wie angegeben. Hierdurch werden die Chloride in Sulfate übergeführt, und gleichzeitig wird die in Freiheit gesetzte Chlorwasserstoffsäure durch das Kochen grösstenteils ausgetrieben.

Esch a. d. Alzette, November 1904.

Qualitativer Nachweis des Zinns in seinen Oxydulverbindungen.

Von

L. Blum.

Die in vorstehender Mitteilung beschriebene Reaktion zum Nachweis des Eisenoxyduls kann auch auf indirektem Wege zum Nachweis des Zinns in seinen Oxydulverbindungen dienen.

Versetzt man eine Zinnoxidul oder Zinnchlorür und Salzsäure enthaltende Lösung mit einem Tropfen Eisenchlorid, so wird eine dem vorhandenen Stannogehalte entsprechende Menge Eisenchlorid zu Eisenchlorür reduziert. Versetzt man nun weiter die Lösung mit konzentrierter Schwefelsäure, kühlt ab und gibt einen Kristall Kaliumnitrat hinzu, so lässt sich an der auftretenden Rot- bis Braunfärbung das entstandene Eisenchlorür und hierdurch indirekt das vorhandene Zinnchlorür nachweisen. Andere Eisenchlorid reduzierende Substanzen dürfen nicht zugegen sein.

Bringt man aus einem Gemenge, welches Schwefelarsen, Schwefelantimon und Schwefelzinn enthält, durch Erhitzen mit rauchender Salzsäure in gelinder Wärme die beiden letzteren in Lösung, erhitzt bis