

Löslichkeit von Schwefelkupfer in Schwefelalkalien; Trennung von Kupfer, Blei, Antimon und Zinn in Legirungen.

Von

A. Rössing.

(Mittheilung aus dem Laboratorium von Dr. R. Frühling u. Dr. J. Schulz, Braunschweig.)

Zur Trennung des Kupfers von Zinn, Antimon und Arsen muss nach Ausfällung dieser Stoffe durch Schwefelwasserstoff bekanntlich an Stelle des sonst gebräuchlichen Schwefelammons zur Auflösung der Sulfide jener drei Elemente Schwefelnatrium oder Schwefelkalium angewendet werden, weil, wie der übliche Ausdruck lautet, in ersterem das Schwefelkupfer theilweise löslich und nur in letzteren unlöslich ist. Da Zinnsulfür von Alkalimonosulfiden nicht aufgenommen wird, so ist, wenn nicht mit Sicherheit alles Zinn als im Zustand der höheren Schwefelverbindung vorhanden angenommen werden kann, die alleinige Anwendung von Natrium-, beziehungsweise Kalium-Polysulfiden, also sogenanntem gelbem Schwefelalkali geboten.

Bei Analysen von Legirungen aus Kupfer, Blei, Antimon und Zinn, technisch bekanntlich als Lager- oder Weissmetalle bezeichnet, fiel mir auf, dass die Lösung des Antimons und Zinns in Mehrfach-Schwefelnatrium stets Kupfer enthielt. Die aus dieser Lösung durch verdünnte Schwefelsäure erhaltenen Niederschläge waren niemals rein gelb, beziehungsweise rothgelb, sondern stets missfarbig, und die Lösung derselben in Königswasser wurde durch überschüssiges Ammoniak blau gefärbt. Es lag ohne Weiteres die Vermuthung nahe, es möchte allein der grössere Gehalt an Schwefel in dem Alkalipolysulfid die Veranlassung zu jener auffallenden Erscheinung geben.

Zu den folgenden Versuchen (Versuchsreihe 1, 2 und 4), welche hierüber Klarheit verschaffen sollten, wurde eine Kupfersalzlösung her-

gestellt, indem etwa 8,5 g krystallisirtes, reinstes, trockenes Kupfersulfat zu 1 l in Wasser gelöst wurden. 50 cc dieser Lösung enthielten nach den Analysen im Mittel 0,09779 g Cu.

1. Versuchsreihe.

50 cc obiger Kupfersulfat-Lösung wurden bei gewöhnlicher Temperatur mit stark gelber Schwefelnatrium-Lösung im Ueberschuss versetzt; nach kurzem Erhitzen wurde filtrirt, der Niederschlag gewaschen, in heisser Salzsäure gelöst und in der Lösung das Kupfer bestimmt. Es wurden gefunden:

0,09376 g Cu

0,09192 « «

0,09640 « «

0,09568 « «

0,09264 « «

anstatt 0,09779 « «.

Die Filtrate von den Schwefelkupfer-Niederschlägen wurden mit Essigsäure angesäuert; der abgeschiedene Schwefel wurde abfiltrirt, gewaschen, in gelinder Wärme völlig ausgetrocknet und mit Schwefelkohlenstoff digerirt. Es hinterblieb dabei ein rothbrauner Rückstand, welcher Schwefel und Kupfer enthielt. Das Kupfer wurde in demselben bestimmt; es wurden erhalten:

0,00399 g Cu

0,00559 « «

0,00136 « «

0,00200 « «

0,00479 « «

also Zahlen, welche mit den entsprechenden, vorhin angeführten den verlangten Werth geben. Der Verlust durch Löslichkeit des Schwefelkupfers in gelbem Schwefelnatrium kann also recht erheblich sein; in dem höchsten der angegebenen Fälle betrug derselbe 5,71 % der Gesamtmenge. Noch erheblicher wird derselbe, wenn die Lösung vor dem Filtriren nicht erwärmt wird, wie sich aus der folgenden Versuchsreihe ergibt.

2. Versuchsreihe.

50 cc der Kupfersulfat-Lösung wurden mit gelbem Schwefelnatrium bei gewöhnlicher Temperatur versetzt, und die Mischung 12 Stunden

sich selbst überlassen. Die Filtrate wurden wie vorhin behandelt und ergaben:

0,00439 g Cu

0,00351 « «

0,00415 « «

0,00610 « «

3. Versuchsreihe.

0,5 g krystallisiertes reinstes Kupfersulfat wurden im Porzellantiegel mit einem Gemisch von trockenem Natriumcarbonat und so viel gepulvertem Schwefel geschmolzen, dass ein Ueberschuss des letzteren in bedecktem Tiegel abbrannte. Die Schmelze wurde mit heissem Wasser ausgezogen, die Lösung filtrirt, und der Rückstand ausgewaschen. Das Filtrat gab auf Zusatz von Essigsäure einen röthlichen Niederschlag, aus welchem nach dem Filtriren, Waschen und Trocknen durch Schwefelkohlenstoff der Schwefel entfernt wurde. Es blieb auf dem Filter ein kupferrother Niederschlag, in welchem die Kupferbestimmung 0,00639 g Cu ergab.

Also auch hier dieselbe Erscheinung; es ist deshalb die bekannte und bisher überall für richtig gehaltene und empfohlene Methode der Schwefelleberschmelze zur Trennung von Metallen der Schwefelwasserstoff-Gruppe von Zinn, Antimon und Arsen bei Gegenwart von Kupfer ungenau.

Ich habe diese Erscheinung der Löslichkeit von Schwefelkupfer in gelbem Schwefelnatrium weiter verfolgt und die Resultate meiner Untersuchungen vor einiger Zeit veröffentlicht.¹⁾ Daraus ergibt sich, dass Schwefelkupfer wie in gelbem Schwefelammon als $(\text{NH}_4)_2\text{Cu}_2\text{S}_7$, so auch in Natriumpolysulfid als sulfokupfersaures Natrium $\text{Na}_2\text{Cu}_2\text{S}_7$ löslich ist, und zwar um so mehr, je mehr der Einfluss der Luft abgehalten wird und die Auflösung bei niedrigerer Temperatur erfolgt. Man kann so aus der Schwefelleberschmelze bei Anwendung kalten Wassers zur Auflösung und unter Durchleiten von Wasserstoff durch die Lösung und das Lösungsgefäß alles, beziehungsweise fast alles Schwefelkupfer in Lösung erhalten. Diese Lösung von sulfokupfersaurem Salz scheidet auf Zusatz verdünnter Mineralsäuren das Anhydrosulfid Cu_2S_6 als rothbraune Substanz mit viel Schwefel gemengt aus, welcher nach dem

1) Ueber Polysulfide des Kupfers; Zeitschrift f. anorgan. Chemie **25**, 407(1900).

Trocknen bei gewöhnlicher Temperatur durch Schwefelkohlenstoff ausgezogen werden kann. Es resultirt danach das Kupferhexasulfid in reinem Zustande und stellt in diesem einen schon gegen gelinde Temperaturerhöhung wie gegen farbloses Schwefelnatrium sehr empfindlichen Körper dar, der im ersten Falle zunächst in Cu_2S_3 , im letzteren in CuS übergeht.

4. Versuchsreihe.

50 cc obiger Kupfersulfat-Lösung wurden mit farblosem Schwefelnatrium in geringem Ueberschuss versetzt und kurze Zeit gelinde erwärmt; der Niederschlag wurde abfiltrirt und genau so wie bei den früheren Versuchen behandelt. Es wurden erhalten:

0,09751 g Cu

0,09772 « «

0,09748 « «

0,09772 « «

Die von den Niederschlägen abgelaufenen Flüssigkeiten wurden ebenfalls mit Essigsäure zersetzt, bei weiterer Behandlung des Ausgefällten wurde jedoch kein Rückstand von Schwefelkupfer erhalten.

Aus diesen Versuchen folgt also die zwingende Nothwendigkeit, zur Trennung von Metallen der Schwefelwasserstoffgruppe bei Gegenwart von Kupfer (und Abwesenheit von Quecksilber) niemals ein anderes als farbloses Schwefelnatrium anzuwenden.

Nach früheren Versuchen von Thomsen wirkt Schwefelnatrium auf Kupfersulfid unter Entziehung von etwas Schwefel, wodurch ein Körper Cu_4S_3 entstehen soll; eine farblose Lösung von Natriummonosulfid färbt sich also beim Stehen über Kupfersulfid gelb, so dass immer etwas Disulfid entstehen muss. Der Schwefelgehalt der niederen Alkalipolysulfide reicht aber noch nicht aus, um Schwefelkupfer in Lösung zu bringen.

Will man also Kupfer von Zinn, Antimon und Arsen trennen, so ist, da man nur Alkalimonosulfid anwenden darf, für eine genügende Oxydation oder Chlorirung des Zinns Sorge zu tragen, sei es nun, dass man die Schwefelmetalle und Legirungen mit Salpetersäure zur Trockne abdampft, oder eine Lösung derselben in Salzsäure unter Zufügung von Kaliumchlorat oder eine solche in Königswasser herstellt.

Zur Trennung von Blei und Kupfer von Zinn und Antimon in Legirungen wird besonders eine Methode empfohlen, welche

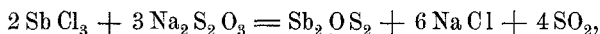
auf der Ueberführung von Zinn und Antimon in unlösliche Oxyde durch Salpetersäure beruht, während Blei und Kupfer als Nitate in Lösung gehen. Frühere Angaben, dass bei geeigneter Concentration der Salpetersäure der Oxydationsrückstand frei von Blei und Kupfer erhalten werden sollte, kann ich nach meinen vielfachen diesbezüglichen Versuchen nicht bestätigen; in allen Fällen enthielt der Rückstand grössere oder geringere Mengen von Kupfer und Blei, auch wenn die Legirung sehr fein zerkleinert war. Möglicher Weise ist das Kupfer bei den früheren Versuchen aus vorher angeführtem Grunde bei Behandlung des ausgewaschenen Rückstandes mit gelbem Schwefelnatrium mit in Lösung gegangen und übersehen worden. Es bleibt für diesen Fall also nichts Anderes übrig, als den nach Filtration der salpetersauren Lösung, oder viel einfacher, mit Umgehung des sehr langwierigen Filtrirens und Auswaschens, den nach dem Abdampfen der Salpetersäure erhaltenen Rückstand, welchen man zweckmässig zur Neutralisation aller etwa noch vorhandenen Säure zunächst mit etwas verdünnter Natronlauge verrührt, mit farblosem Schwefelnatrium in kleinem Ueberschuss zu versetzen, gelinde zu erwärmen und nach Verdünnung mit Wasser und Absetzenlassen zu filtriren. Das Filtrat ist jetzt frei von Blei und Kupfer; der Rückstand wird mit Schwefelnatrium enthaltendem Wasser ausgewaschen und in verdünnter heisser Salpetersäure gelöst; aus dieser Lösung wird das Blei durch Schwefelsäure ausgefällt, und in dem bleifreien Filtrat das Kupfer nach bekannten Methoden bestimmt.

Anstatt dieser Abscheidung von Antimon und Zinn durch Eindunsten mit Salpetersäure ziehe ich einen anderen Weg vor, der viel schneller zum Ziel führt. 2 g der Legirung, welche hierfür nur grob zerkleinert zu sein braucht — es genügen gewöhnliche Drehspäne — werden in möglichst wenig Königswasser gelöst; die Lösung wird zur Sicherheit noch mit wenig Kaliumchlorat erwärmt, mit Wasser unter Zusatz von etwas Weinsäure verdünnt, mit Natronlauge schwach alkalisch gemacht und mit farblosem Schwefelnatrium in möglichst geringem Ueberschuss versetzt. Nach kurzem Erwärmen und Absetzen wird filtrirt ohne den Niederschlag auf das Filter zu bringen, der Rückstand mit heissem, wenig Schwefelnatrium enthaltendem Wasser gewaschen, in verdünnter heisser Salpetersäure gelöst, und die Lösung zur Trennung von Blei und Kupfer in bekannter Weise weiter behandelt.

Es handelt sich danach nur noch um eine zweckmässige Scheidung von Antimon und Zinn in dem gesammten Filtrat.

Die vom Schwefelblei und Schwefelkupfer abfiltrirte Lösung ist in vorzüglicher Weise zur Elektrolyse geeignet. Kann oder will man dieselbe nicht anwenden, so lässt sich die Trennung von Antimon und Zinn auch auf chemischem Wege sehr schnell und genau ausführen.

Die unzweckmässigste, weil mindestens zeitraubendste Methode ist die der Natronschmelze nach Rose; auch die Abänderung nach Hampe ist noch umständlich. Ich glaubte zuerst dagegen in der Methode von Carnot¹⁾ eine leicht und bequem ausführbare gefunden zu haben. Dieselbe besteht darin, dass die salzsaure Lösung der beiden Metalle, je nachdem dieselbe mehr oder weniger freie Säure enthält, mit Ammoniak bis zur annähernden Neutralität oder mit Chlorammon, dann mit 2 g Oxalsäure in Lösung und hierauf wieder mit Ammoniak versetzt wird, ohne jedoch ganz zu neutralisiren. Man verdünnt sodann auf 250—300 cc und fügt eine Lösung von unterschwefligsaurem Natron hinzu, welche mindestens 10 mal so viel krystallisirtes Salz enthält als die zu fällende Menge des Antimons beträgt. Beim Erhitzen trübt sich die Lösung in Folge der Abscheidung von Schwefel und Antimonoxysulfür:



während Zinn in Lösung bleibt. Man erhitzt, bis der Niederschlag roth geworden ist, setzt dann 1—2 cc Salzsäure, in Wasser gelöst, hinzu, und erhält einige Minuten im Kochen. Hat sich der Niederschlag abgesetzt, und die Flüssigkeit sich geklärt, so fügt man noch einige Tropfen Salzsäure hinzu und erhitzt wieder zum Sieden. Sobald hierbei eine rein weisse Trübung entsteht, ist das Antimon völlig abgeschieden; bildet sich dagegen noch ein gelber oder rother Niederschlag, so muss nochmals Salzsäure oder auch unterschwefligsaures Natron zugegeben werden; entsteht gar keine Trübung, so fehlt es an unterschwefligsaurem Natron, das von Neuem zuzusetzen ist, bis durch Salzsäure eine rein weisse, milchige Trübung entsteht. Das Filtrat vom Antimonniederschlag wird mit Ammoniak übersättigt, eine Trübung oder ein Niederschlag in Schwefelammon gelöst, das Zinn jetzt hieraus mit Essigsäure als Schwefelzinn gefällt und in bekannter Weise bestimmt.

In diesen Angaben von Carnot scheint mir aber ein Widerspruch zu liegen. Die Ausfällung des Antimons soll nur bei Gegenwart einer geringen Menge freier Salzsäure vollständig sein, dagegen könne sie

¹⁾ Diese Zeitschrift 27, 650.

unvollständig sein, falls nur freie Oxalsäure vorhanden ist. Die nach Vorschrift hergestellte Lösung enthält nun aber vor dem Zusatz des unterschwefligsauren Natrons oxalsaures Ammon und etwas freie Oxalsäure, da nicht völlig neutralisirt wurde; nach dem Zusatz des Salzes und beim Kochen entsteht schweflige Säure, welche bei der Siedetemperatur, zum grössten Theil wenigstens, entweicht. Wird nun Salzsäure zugesetzt, so wird bei dem vorschriftsmässigen Mengenverhältniss zwischen dieser, dem unterschwefligsauren Salz und Oxalsäure letztere ganz oder zum Theil in Freiheit gesetzt, sie wird sich aber ihrerseits wieder mit noch unverändertem unterschwefligsaurem Natron umsetzen, und Salzsäure ist also als solche je nach der Menge des letzteren entweder überhaupt nicht vorhanden, oder in geringem Ueberschuss, wie sie es zur völligen Fällung des Antimons nach Carnot auch sein soll. Dann ist aber in letztem Falle kein unterschwefligsaures Salz mehr vorhanden, ein weiterer Zusatz von Salzsäure kann also keine Trübung mehr hervorrufen. Wenn aber wiederum freie Salzsäure zugegen ist, so zersetzt sich die Zinnlösung, wie auch Carnot angibt, unter Abscheidung von Schwefel, Sulfür und Oxyd.

Ich habe diese Methode zuerst in unveränderter Form, sodann mit einigen Abänderungen angewandt; nach meinen Erfahrungen aber, welche sich auf eine grosse Anzahl von Versuchen stützen, gibt sie immer ungenaue Resultate, auch dann, wenn man nach der ersten Fällung das Filtrat vom Antimonniederschlag nochmals in derselben Weise behandelt. Es bleiben fast stets — und ganz besonders habe ich dieses in aus Zinn- und Antimonsalz gemischten Lösungen beobachtet — nennenswerthe Mengen von Antimon in Lösung, wie man leicht nachweisen kann, wenn man das letzte Filtrat nach Verjagung der schwefligen Säure mit Schwefelwasserstoff-Wasser mischt; es entsteht hier fast stets eine rothe Färbung oder ein orange-farbener Niederschlag.

Die Abänderung von Andrews¹⁾, wonach man das Kochen mit Thiosulfat so lange fortsetzen soll, bis ein Viertel des Flüssigkeitsvolumens verdampft ist, kann zur Erhöhung der Genauigkeit der Methode nicht beitragen.

Sichere Resultate erzielt man mit der Clarke'schen Methode²⁾, welche bekanntlich darauf beruht, dass aus Zinn- und Antimonlösungen

1) Diese Zeitschrift 38, 796.

2) Diese Zeitschrift 9, 487.

bei Gegenwart von viel freier Oxalsäure und Abwesenheit viel freier Mineralsäuren in der Siedehitze durch Schwefelwasserstoff nur Antimon ausgefällt wird. Die Methode ist in dem vorliegenden Falle, wo beide Elemente als Sulfosalze in Schwefelnatrium gelöst vorhanden sind, durch einige praktische Abänderungen noch einfacher zu gestalten, da man die Elemente durchaus nicht erst als Schwefelverbindungen aus der Lösung zu fällen und dieselben nicht erst wiederum durch Salzsäure in Lösung zu bringen nöthig hat. Man entfärbt die Lösung der Sulfosalze zweckmässig zunächst mit Wasserstoffsuperoxyd in gelinder Wärme, neutralisirt annähernd mit Salzsäure und setzt dann zu der erwärmten Flüssigkeit eine heisse Lösung von 25—30 g Oxalsäure. Dann leitet man in der Siedehitze etwa $\frac{1}{2}$ Stunde lang Schwefelwasserstoff ein, entfernt sodann die Flamme, ohne das Einleiten des Gases zu unterbrechen, und filtrirt nach 5—10 Minuten noch heiss den in grossen Flocken sich absetzenden Niederschlag ab. Nach dem Auswaschen mit heissem Wasser löst man denselben auf dem Filter wiederum in möglichst wenig Schwefelnatrium oder Schwefelammon, zieht das Filter mehrmals mit heissem Wasser aus, neutralisirt diese Lösung wiederum annähernd mit Salzsäure, versetzt mit einer heissen Lösung von 15—20 g Oxalsäure und leitet nochmals in der beschriebenen Weise etwa 15 Minuten lang Schwefelwasserstoff ein, um die bei der ersten Fällung mit dem Antimon ausgefallenen kleinen Zinnmengen völlig in Lösung zu halten.

Die vereinigten, das Zinn enthaltenden Filtrate werden warm mit Ammoniak übersättigt und mit nicht zu wenig Schwefelammon versetzt; das Zinn wird aus dieser Lösung durch Essigsäure als Sulfid gefällt und in bekannter Weise als SnO_2 zur Wägung gebracht. Bei sehr zinnreichen Legirungen, wie es die Lagermetalle häufig sind, wird man bei Anwendung des gesammten Filtrats vom Antimonniederschlage eine zu reichliche Fällung von Schwefelzinn erhalten und deshalb besser nur einen gemessenen Theil des auf ein bestimmtes Volum gebrachten Filtrats anwenden. Auch ist nach meinen Erfahrungen zur völligen Fällung des Zinns ein beträchtlicher Ueberschuss von freiem Schwefelwasserstoff nothwendig, der durch reichlichen Zusatz von Schwefelammon vor der Ansäuerung, besser aber und unter Vermeidung grösserer Mengen abgeschiedenen Schwefels durch Einleiten in die angesäuerte Lösung eingebracht wird.

Da die Clarke'sche Methode, nach welcher ich stets sehr befriedigende Resultate erhalten habe, bereits von anderen Seiten auf ihre

Zuverlässigkeit geprüft worden ist, so brauche ich für sie speciell wohl keine Beleganalysen anzuführen. Ich werde jedoch für die gesammte, im Vorstehenden ausgeführte Arbeitsweise einige Belegzahlen angeben, doch erst am Schluss nach der Besprechung der Wägungsform des Antimons, auf welche ich noch mit einigen Worten eingehen muss.

Nachdem Brunck¹⁾ durch seine Versuche das Vorurtheil gegen die Bestimmung des Antimons als Tetroxyd beseitigt und die Zuverlässigkeit derselben nachgewiesen hat, kann dieselbe unter Berücksichtigung gewisser Vorsichtsmaassregeln überall angewendet werden. Zu diesen gehört nach Brunck vor allem die Ausschliessung der Möglichkeit, dass reducirende Gase mit dem Antimonoxyd in Berührung gelangen können, so dass also weder das Filter verbrannt noch das Antimonoxyd im bedeckten Tiegel geblüht werden darf, da in letzterem Falle, wie die Versuche gezeigt haben, die Flammengase sich unter dem vorspringenden Rande des Tiegeldeckels fangen und in den Tiegel gelangen. Das Glühen hat im offenen Tiegel, welcher in einen passenden kreisrunden Ausschnitt einer Asbestplatte gehängt wird, zu geschehen.

Ich verfare zur Bestimmung des Antimons in folgender Weise. Der durch Behandlung der Antimon-Zinnlösung mit Schwefelwasserstoff in der Hitze gefällte Antimonniederschlag wird nach sorgfältigem Auswaschen mit heissem Wasser zunächst zur Entfernung freien Schwefels mit Alkohol, sodann mit einem Gemisch von Schwefelkohlenstoff und Alkohol²⁾, endlich mit reinem Alkohol und Aether ausgewaschen und in gelinder Wärme getrocknet. Der Niederschlag lässt sich nun fast völlig vom Filter lostrennen, den geringen anhaftenden Rest löst man in wenig heissem Schwefelammon, verdampft diese Lösung in einem gewogenen Porzellantiegel und glüht den Rückstand. Hierauf bringt man die Hauptmenge des Niederschlages hinzu, oxydirt mit rauchender Salpetersäure, verdampft, zuerst mit aufgelegtem Uhrglas, auf dem Wasserbade und wiederholt, wenn sich noch freier, nicht oxydirtter Schwefel zeigen sollte, diese Operation so lange, bis sich solcher nicht mehr bemerkbar macht. Dann erhitzt man vorsichtig zur Verjagung der entstandenen Schwefelsäure und steigert allmählich die Temperatur mit Berücksichtigung der

¹⁾ Diese Zeitschrift **34**, 171.

²⁾ Thiele, diese Zeitschrift **30**, 473.

angegebenen Vorsichtsmaassregel. Zum Schluss wird auf dem Gebläse bis zur Gewichtsconstanz geglüht.

Die vollständige Entfernung freien Schwefels, auf welche in den Lehrbüchern der analytischen Chemie viel zu wenig Gewicht gelegt ist, ist unbedingt nöthig, ehe stärker erhitzt wird, wenn genaue Resultate erhalten werden sollen. Im anderen Falle verflüchtigt sich Antimon, und dieser Verlust kann sehr beträchtlich sein, ja zur völligen Verflüchtigung führen. Ueberstreut man das fertig geglühte Antimontetroxyd mit etwas reinem Schwefel, erhitzt man darauf zum Glühen und wiederholt dieses Verfahren, so wird man ganz beträchtliche Gewichtsabnahme constatiren. Es wurden in zwei Versuchen in dieser Weise folgende Zahlen erhalten:

	0,253 g	0,2644 g Sb_2O_4
nach dem Glühen mit Schwefel:		
	0,201 g	0,0724 « « «
	0,052 «	0,0504 « « «

Antimontrioxyd wie -Tetroxyd werden nämlich, wie diesbezügliche Versuche gezeigt haben, beim Erhitzen mit Schwefel im Kohlensäurestrom schon bei verhältnissmässig niedriger Temperatur glatt in Antimontrisulfid verwandelt, zum Beispiel $\text{Sb}_2\text{O}_4 + \text{S}_5 = \text{Sb}_2\text{S}_3 + 2\text{SO}_2$.

Da das Trisulfid beim Erhitzen unter Luftzutritt wieder in Trioxyd übergeht, ist ein Antimonverlust durch Verflüchtigung unter den angegebenen Bedingungen erklärlich. Die Analyse solcher Legirungen lässt sich auf die mitgetheilte Art in sehr kurzer Zeit und mit völlig hinreichender Genauigkeit ausführen.

Zum Schluss einige Belegzahlen für die Gesamtanalyse eines Weissmetalls.

Angewandt: 2 g.

Gefunden:

I.

$$0,1353 \text{ g } \text{PbSO}_4 = 0,0924 \text{ g } \text{Pb} = 4,62 \% \text{ Pb}$$

$$0,2048 \text{ « } \text{Cu}_2\text{S} = 0,1636 \text{ « } \text{Cu} = 8,18 \% \text{ Cu}$$

$$0,2760 \text{ « } \text{Sb}_2\text{O}_4 = 0,2180 \text{ « } \text{Sb} = 10,90 \% \text{ Sb}$$

Filtrat: 1000, davon 200 cc.

$$0,3867 \text{ g } \text{SnO}_2 = 0,3045 \text{ g } \text{Sn} = 76,12 \% \text{ Sn}$$

$$\text{Summe } 99,82 \%$$

II.

0,1350 g PbSO ₄	= 0,0922 g Pb	= 4,61 % Pb
0,2045 « Cu ₂ S	= 0,1633 « Cu	= 8,17 « Cu
0,2750 « Sb ₂ O ₄	= 0,2171 « Sb	= 10,86 « Sb
0,3864 « SnO ₂	= 0,3042 « Sn	= 76,06 « Sn
Summe		99,70 %

III.

0,1355 g PbSO ₄	= 0,0925 g Pb	= 4,63 % Pb
0,2050 « Cu ₂ S	= 0,1636 « Cu	= 8,18 « Cu
0,2772 « Sb ₂ O ₄	= 0,2188 « Sb	= 10,94 « Sb
0,3856 « SnO ₂	= 0,3036 « Sn	= 75,90 « Sn
Summe		99,65 %

IV.

0,1355 g PbSO ₄	= 0,0925 g Pb	= 4,63 % Pb
0,2052 « Cu ₂ S	= 0,1638 « Cu	= 8,19 « Cu
0,2780 « Sb ₂ O ₄	= 0,2195 « Sb	= 10,98 « Sb
0,3866 « SnO ₂	= 0,3044 g Sn	= 76,10 « Sn
Summe		99,90 %

Ueber den Nachweis von kleinen Mengen von Arsen in Nahrungsmitteln.

Von

J. C. Berntrop,

I. Assistent am chemischen Laboratorium des städtischen Gesundheitsamtes zu Amsterdam.

Bekanntlich liegt die grosse Schwierigkeit beim Nachweis von Arsen in organischen Substanzen darin, dass letztere vorher zerstört werden müssen, wenn man das Arsen in eine geeignete Form überführen will, welche erlaubt, seine Anwesenheit, sei es nach der Gutzeit'schen Methode, mit dem Apparat von Marsh oder auf andere Weise, zu constatiren.

Die verschiedenen Methoden, welche bis jetzt für die Zerstörung der organischen Substanzen vorgeschlagen worden sind, leiden sämmtlich an dem Uebel, dass in den meisten Fällen die Operation sehr viel Zeit