

# Über die Quecksilberbestimmung nach Glücksmann und deren Modifikation.

Von

Arthur Abelmann.

Anlässlich der von mir gemeinsam mit L. Rosenthaler ausgeführten Arbeit über Quecksilberoxyd als Urtitersubstanz<sup>1)</sup> wurde die Glücksmannsche<sup>2)</sup> Methode einer Nachprüfung unterzogen, da die Absicht vorlag, Quecksilberoxyd als Urmaß in der Oxydimetrie zu verwenden.

Dazu sollte das Quecksilberoxyd, wie bei der Glücksmannschen Methode der Quecksilberbestimmung, mit einem gemessenen Überschuss von wässriger Oxalsäure in der Kälte unter Umrühren gefällt und nach Auffüllen auf ein bestimmtes Volumen ein aliquoter Teil des Filtrats mit Permanganat in üblicher Weise titriert werden.

Dieses Verfahren wurde ursprünglich von Glücksmann zur Bestimmung von Quecksilber in Quecksilbersalben empfohlen und ist von Firbas<sup>3)</sup> nachgeprüft und als gut bezeichnet worden. Von Beckurts wurde diese Methode für die Quecksilberbestimmung in sein bedeutendes Buch über die Methoden der Maßanalyse<sup>4)</sup> aufgenommen.

Bei der genau nach der Glücksmannschen Vorschrift ausgeführten Bestimmung erhielt ich folgende Resultate:

Angewandt <sup>5)</sup> HgO <i>g</i>	Berechnet $n/10 \text{ C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ <i>ccm</i>	Verbraucht $n/10 \text{ C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ <i>ccm</i>	Gefunden HgO <i>g</i>
0,3170	29,35	26,0	0,2808 = 88,58 %
0,2581	23,90	21,85	0,2360 = 91,43 «
0,2431	22,51	22,3	0,2408 = 99,06 «
0,3180	29,44	29,15	0,3148 = 99,01 «
0,4596	42,55	42,26	0,4569 = 99,31 «
0,2726	25,24	21,05	0,2268 = 83,20 «

1) Mercuric oxide as a standard for volumetric analysis by L. Rosenthaler u. A. Abelmann, The Pharmaceutical Journal [4] 37, 144 (1913); diese Ztschrft. 53, 608 (1914).

2) Ztschrft. allgem. Österr. Apoth.-Vereins 37, 970 (1899); diese Ztschrft. 41, 457 (1902).

3) Ztschrft. allgem. Österr. Apoth.-Vereins 39, 1371 (1901); diese Ztschrft. 41, 456 (1902).

4) Beckurts: Die Methoden der Maßanalyse S. 619.

5) Das Quecksilberoxyd war durch Quecksilberbestimmung geprüft und als rein befunden worden. Analyse — Substanz: 1,4677 g HgO; gefunden: 1,4668 HgO = 99,95 % HgO.

Die ungünstigen Resultate sind erstens auf die Löslichkeit des Quecksilberoxalatniederschlages zurückzuführen, da sich bei den meisten Bestimmungen, auch vielen anderen, die hier nicht angeführt sind, Quecksilber im Filtrat des Niederschlages nachweisen liess, zweitens bei den Bestimmungen, bei denen sich im Filtrat kein Quecksilber nachweisen lässt, auf die Bildung von basischen Salzen, bewiesen durch die Analysen des Niederschlages, welche wie folgt ausfielen:

## 1. Analyse:

Substanz	Berechnet	Gefunden
	HgS	HgS
1,0299 g	0,6884 g	0,8196 g

## 2. Analyse:

Substanz	Berechnet	Gefunden
	HgS	HgS
1,0600 g	0,7086 g	0,8449 g

Um nun einerseits die Löslichkeit des Quecksilberoxalats herabzusetzen und andererseits die Bildung von basischen Salzen zu vermeiden, wurden Versuche unter Zugabe von gesättigter Kaliumnitratlösung und verschiedenen Mengen verdünnter Salpetersäure angestellt, die zur folgenden Abänderung der Glücksmannschen Methode führten: Zu der in einem Messkolben von 100 *ccm* befindlichen Quecksilbermenge gibt man 2—3 *ccm* 5 n-Salpetersäure, fällt unter starkem Umschütteln mit einem recht grossen Überschuss an Oxalsäure und fügt hierauf etwa 50 *ccm* einer kalt gesättigten Kaliumnitratlösung (25 Tle.  $\text{KNO}_3$  auf 100 Tle.  $\text{H}_2\text{O}$ ), die auf den Verbrauch von Kaliumpermanganat vorher zu prüfen ist, hinzu. Weiter wird, wie von Glücksmann angegeben, verfahren. Bei Einhalten dieser Vorschrift erhält man — im Gegensatz zur Glücksmannschen Methode, bei der ein mehrmaliges Filtrieren nötig ist — schon etwa nach einer Viertelstunde oder bei Umschütteln mit reiner Kieselgur sogleich ein klares Filtrat, in welchem Quecksilber nicht nachweisbar ist. Mit der so modifizierten Methode wurden folgende, wenigstens doch zum grössten Teile gute Resultate erzielt, so dass sie in dieser Art jedenfalls besser als die Glücksmannsche zur Quecksilberbestimmung Verwendung finden kann:

## Resultate:

Angewandt HgO g	Berechnet $n_{10}$ C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ccm	Verbraucht $n_{10}$ C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ccm	Gefunden HgO g
0,3044	28,18	28,15	0,3040 = 99,87 %
0,3057	28,3	28,255	0,3048 = 99,71 <
0,1642	15,2	15,0	0,1620 = 98,67 <
0,1086	10,06	10,025	0,1083 = 99,73 <
0,1956	18,11	17,95	0,1938 = 99,04 <
0,2522	23,35	23,25	0,2511 = 99,34 <
0,2716	25,15	25,05	0,2706 = 99,63 <
0,1397	15,07	15,00	0,1388 = 99,36 <
0,1955	18,1	18,1	0,1955 = 100 <
0,2335	21,62	21,575	0,2330 = 99,79 <

Die Aufarbeitung der bei der Lorenzschen Methode der Phosphorsäurebestimmung erhaltenen Molybdänrückstände.

Von

**H. Neubauer und E. Wolferts.**

(Mitteilung der Versuchsstation Bonn.)

Die 1901 von v. Lorenz, Wien, bekannt gegebene Molybdänmethode<sup>1)</sup> wird infolge ihrer guten Bewährung immer mehr angewandt. Ein gewisses Hindernis ihrer allgemeinen Benutzung ist die Seltenheit und der hohe Preis des Molybdäns, doch können die Molybdänrückstände glücklicherweise ziemlich einfach und vollständig aufgearbeitet werden, so dass die Verluste auch bei hohen Preisen kaum mehr fühlbar sind. Bei Aufarbeitung der Rückstände stellte sich in den letzten Jahren die Lorenzsche Methode sogar entschieden billiger als die Zitratmethode, da die Zitronensäure auch unerhört teuer bezahlt werden musste und sich nur sehr unvollkommen aufarbeiten lässt.

Wir glauben deshalb, den die Lorenzsche Methode benutzenden Fachgenossen und der Methode selbst einen Dienst zu erweisen, wenn wir im folgenden unsere Erfahrungen bei der Aufarbeitung der Molybdän-

<sup>1)</sup> Landw. Versuchs-St. **55**, 183—220 (1901), vergl. auch H. Neubauer und F. Lückert, diese Ztschrft. **51**, 161 (1912).