

Cens. 13685.  
Ent. A - 13718

# Uebungs-Aufgaben

in der

Tartu Riikliku Ülikooli  
Raamatukogu  
196401

# Quantitativen Analyse.

---

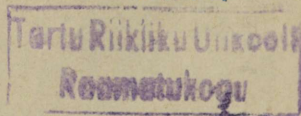
Dorpat.

Verlag von C. Mattiesen.

1891.

Дозволено цензурою. — Дерптъ, 31-го Августа 1891 г.

Est. A



25026

Druck von C. Mattiesen, Dorpat.

## I. Tinctura Jodi.

2 ccm Jodtinctur werden mit 25 ccm einer Lösung von 0,5 g Jodkalium in 25 ccm Wasser in einer Kochflasche gemischt. Zu dieser Mischung lässt man aus einer Bürette so lang  $\frac{1}{10}$  Normal - Natriumthiosulfatlösung zufließen, bis die Flüssigkeit nur noch schwach gelblich gefärbt erscheint. Als dann giebt man etwas Stärkekleister <sup>1)</sup> zu und titirt vorsichtig bis zur Entfärbung. Jedes dabei verbrauchte ccm der  $\frac{1}{10}$  Normallösung entspricht 0,0127 g Jod.

Verbrauchte Normallösung                    ccm, also Jod                    g,  
das heisst in Procenten                    Jod. Conf. E. Schmidt pag. 254.

---

1) Die Stärke wird mit etwas kaltem Wasser vertheilt und dann mit etwa ihrem hundertfachen Gewichte kochenden Wassers übergossen, umgerührt und sofort filtrirt

## II. Aqua Amygdalarum amararum.

*A.* 10 ccm Bittermandelwasser, mit 90 ccm Wasser<sup>1)</sup> verdünnt, versetze man mit 5 Tropfen Natronlauge und mit einer Spur Natriumchlorid und füge unter Umrühren so lange  $\frac{1}{10}$  Normal-Silbernitratlösung hinzu, bis eine bleibende weisse Trübung eingetreten ist.

1 ccm  $\frac{1}{10}$  N. Silber = 0,0054 g HCN

Verbrauch            ccm =            g HCN

Blausäure in Procenten

*B.* 10 g Bittermandelwasser werden mit gefälltem, sorgfältig ausgewaschenem Magnesiumhydroxyd bis zur Undurchsichtigkeit der Mischung und nach  $\frac{1}{2}$ stündigem Stehen mit einigen Tropfen chlorfreier Kaliumchromatlösung (1:100) versetzt. Hierauf lasse man  $\frac{1}{10}$  Normal-Silbernitratlösung unter Umschwenken der Mischung bis zur bleibenden röthlichen Färbung zufließen.

1 ccm N. Silber = 0,0027 g HCN (conf. E. Schmidt B. II p. 627).

Verbrauch            ccm =            g HCN

Blausäure in Procenten

Die Silberrückstände sind aufzubewahren!

---

<sup>1)</sup> Sollte durch diese Verdünnung eine Trübung eintreten, so ist dieselbe durch Zusatz von wenig Alkohol zu beseitigen.

### III. Solutio Fowleri.

5 ccm der Fowler'schen Lösung verdünn man mit 20 g Wasser, füge der Mischung 1 g zerriebenen Natriumbicarbonats, sowie einige Tropfen Stärkekleister zu und lasse dann unter Umschwenken soviel  $\frac{1}{10}$  Normal-Jodlösung zufließen, bis die Mischung bleibend blau gefärbt ist.

Die hierzu verbrauchten Cubikcentim. Jodlösung  $\times 0,00495$  ergeben sodann die Menge  $\text{As}^2\text{O}^3$ , welche in den angewendeten 5 ccm Fowler'schen Lösung enthalten war.

Verbrauch                      ccm =                      g  $\text{As}^2\text{O}^3$   
 d. h. in Procenten

#### IV. Natrium bicarbonicum.

A. Circa 2 g Natriumbicarbonat werden zwischen Klamm-  
mergläsern genau gewogen

Klammerglas + Natr. bicarb. . . . .	g
Klammerglas allein . . . . .	g
<hr/>	
Natr. bicarb. . . . .	g

und ohne Anwendung von Wärme zu 50 ccm in Wasser  
gelöst. 25 ccm dieser Lösung werden mit 25 ccm Normal-  
Salzsäure und einigen Tropfen Phenolphthaleinlösung versetzt.  
Hierauf koche man die Mischung einige Minuten lang, um  
alles Kohlensäureanhydrid auszutreiben; nachdem sich die ge-  
kochte Flüssigkeit etwas abgekühlt hat, füge man unter Um-  
schwenken soviel Normal-Natronlauge hinzu, bis die Mischung  
eine bleibende Rosafärbung angenommen hat. Die Menge der  
zur Rücktitration verbrauchten Normal-Natronlauge entspricht  
dem Ueberschuss an Normal-Salzsäure, welche zur Neutrali-  
sation der Natriumbicarbonatlösung nicht mehr erforderlich war.  
(Conf. E. Schmidt B. I p. 507).

Vorgelegte N. Säure . . . . .	25 ccm
Verbraucht N. Natron . . . . .	ccm
<hr/>	
zur Neutralisation verb. Säure	ccm

B. Zu dem Rest der ursprünglichen Bicarbonatlösung  
(25 ccm) füge man soviel ccm Normal-Natronlösung als vor-  
her Normal-Salzsäure erforderlich war, fälle nun alle Kohlen-  
säure durch Baryumchlorid, filtrire und bestimme in der einen  
Hälfte der Flüssigkeit den Natronüberschuss.

Vorgelegte N. Natronlauge	ccm	} 1 ccm N. Säure = 0,084 g NaHCO <sup>3</sup>
Verbraucht N. Säure . . . . .	ccm	
<hr/>		} 1 ccm N. Natron = 1 ccm N. Säure = 0,053 g Na <sup>2</sup> CO <sup>3</sup>
N. Lauge . . . . .	ccm.	

Die verbrauchte Menge N. Säure ist mit 2, der Rest der N. Lauge ist mit 4 zu multipliciren.

$$1 \text{ ccm N. NaOH} : 0,053 = \frac{\text{Na}^2\text{CO}^3 \text{ gef. N. NaOH}}{\text{Na}^2\text{CO}^3} : x = \text{g Na}^2\text{CO}^3$$

d. h. in Procenten

$$1 \text{ ccm N. HCl} : 0,084 = \frac{\text{NaHCO}^3 \text{ verb. N. HCl}}{\text{NaHCO}^3} : x = \text{g NaHCO}^3$$

d. h. in Procenten

Folgendes Beispiel diene zur Erläuterung:

Ein Gemisch aus 5 g Bicarbonat und 0,265 g. Natriumcarbonat verlangt 64,5 ccm Normalsäure:

$$\text{NaHCO}^3 + \text{HCl} \\ 84 : 36,5 = 5 : x = 2,1726 = 59,5 \text{ ccm}$$

$$\text{Na}^2\text{CO}^3 + 2\text{HCl} \\ 106 : 73 = 0,265 : x = 0,1825 = 5,0 \text{ ccm}$$


---

64,5 ccm.

Eine ebensolche Mischung versetzt man mit 64,5 ccm Normal-Natron, fällt mit Chlorbaryum, füllt die Flüssigkeit auf 300 ccm und filtrirt. 150 ccm Filtrat verlangen 29,75 ccm, die ganze Flüssigkeit demnach 59,5 ccm Normalsäure. Der Rest der Normallauge giebt das Quantum von  $\text{Na}^2\text{CO}^3$  an.

$$\text{NaHCO}^3 + \text{NaOH} \\ 84 : 40 = 5 : x = 2,3809 = 59,5 \text{ ccm.}$$

$$\begin{array}{l} \text{Norm. HCl} \quad \text{HCl} \\ 59,5 \text{ ccm} = 2,1726 \text{ g} \\ 36,5 : 84 = 2,1726 : x = 5 \text{ g} \quad \text{NaHCO}^3 \end{array}$$

$$\begin{array}{l} \text{Norm. HCl} \quad \text{HCl} \\ 5,0 \text{ ccm} = 0,1825 \\ 106 : 73 = 0,1825 : x = 0,265 \text{ g Na}^2\text{CO}^3 \end{array}$$

Summa 5,265 g Gemisch

$$5,265 : 0,265 = 100 : x = 5,014 \text{ g Na}^2\text{CO}^3 \text{ in Procenten.}$$

## Resultat.

$\text{Na}^2\text{CO}^3$ . . . . .	%
$\text{NaHCO}^3$ . . . . .	%

Die Differenz von 100  
entspricht der Feuchtigkeit, welche in dem Präparat vorhan-  
den ist.

## V. Ammonium chloratum.

A. Circa 0,5 g des Salzes werden genau zwischen Klammergläsern abgewogen und bei 100° getrocknet, sodann wieder gewogen. Die Differenz giebt die Feuchtigkeit an.

Vor dem Trocknen:		
Klammerglas + NH <sup>4</sup> Cl . . . . .	g	} Differenz
Klammerglas allein . . . . .	g	
NH <sup>4</sup> Cl . . . . .	g	
Nach dem Trocknen:		
Klammerglas + NH <sup>4</sup> Cl . . . . .	g	} = Procent Feuchtigkeit.
Klammerglas allein . . . . .	g	
Trockenes NH <sup>4</sup> Cl	g	

B. Circa 0,5 g werden genau zwischen Klammergläsern abgewogen

Klammerglas + NH <sup>4</sup> Cl . . .	g
Klammerglas allein . . . . .	g
NH <sup>4</sup> Cl . . . . .	g

und, nachdem in der U-förmigen Kugelhöhre 30 ccm Normal-Schwefelsäure vorgelegt worden sind, in der Erlenmeyer'schen Kochflasche mit wenig Wasser gelöst und mit 30 ccm Normal-Natronlauge gemengt. Die Kochflasche wird dann sofort geschlossen und der Inhalt so lange destillirt, bis die Dämpfe mit Phenolphthalein getränktes Papier nicht mehr röthen. Die vorgelegte Säure wird dann mit Lackmus gefärbt und der Ueberschuss derselben mit Normalnatron ermittelt.

Vorgelegte Säure . . .	ccm	}	1 ccm Normalsäure
Verbraucht Natron . .	ccm		= 0,018 NH <sup>4</sup>
Durch NH <sup>4</sup> gesättigt .	ccm	= 0,017 NH <sup>3</sup>	
Also NH <sup>4</sup>	g, d. h. in Procenten		
oder NH <sup>3</sup>	g, d. h. in Procenten		



## VI. Chlorkalk (wirksames Chlor).

A. Circa 0,5 g Chlorkalk werden zwischen Klammern genau abgewogen, im Mörser zuerst mit wenig, dann mit mehr Wasser fein zerrieben und in 100 ccm Wasser vertheilt. Darauf wird mit einer genau abgemessenen Menge  $\frac{1}{10}$  Normal-Natriumarsenitlösung versetzt, so dass letztere im Ueberschusse ist. Nach starkem Umrühren wird die Flüssigkeit mit einigen Tropfen Stärkekleister versetzt und dann der Ueberschuss der Arsenlösung durch Rücktitriren mit  $\frac{1}{10}$  Normal-Jodlösung bestimmt. (Conf. Pauly p. 156).

Klammern + Chlorkalk . . . . .	g
Klammern allein . . . . .	g
Chlorkalk . . . . .	g.
Verbrauch an Arsenitlösung . . . . .	ccm
Verbrauch an Jodlösung . . . . .	ccm
Wirklich verbrauchte Arsenitlösung . .	ccm.

Arsenitlös.	Cl.	Verbr. ccm Arslös.	Cl?
1 ccm :	0,00355 g =		: x.
also Chlor	g		
d. h. in Procenten			wirksames Chlor.

## VII. Ferrum oxydatum saccharatum <sup>1)</sup>.

Man löse circa 1 g (genau gewogen) Eisensaccharat unter Erwärmen in 50 g Wasser auf,

Klammerglas + Eisensaccharat	g
Klammerglas allein . . . . .	g
Eisensaccharat .	g

füge der Lösung 2 g (Handwage) trockenes Chlornatrium zu und koche 5—6 Minuten lang. Der abgeschiedene Eisenniederschlag werde hierauf auf einem Filter gesammelt und direct, ohne ihn vom Filter herunterzunehmen, in erwärmter Salzsäure gelöst. Die abfließende Eisenchloridlösung werde sodann im Verein mit dem zum Nachwaschen des Filters verwendeten Wasser in einer mit einem Stopfen verschliessbaren Flasche gesammelt und nach dem Erkalten mit 1 g (Handwage) Jodkalium versetzt. Nach einstündigem Stehen bei mässiger Wärme werde die Menge des ausgeschiedenen Jods mit  $\frac{1}{10}$  Normal-Natriumthiosulfatlösung bestimmt.

1 ccm  $\frac{1}{10}$  N. Natriumthiosulfat = 0,0056 g metallischen Eisens.

Verbrauch an Natriumthiosulfat	ccm =	
Eisen, d. h. Eisen in Procenten		g

<sup>1)</sup> Conf. Pharm. Germ. Bd. 3.

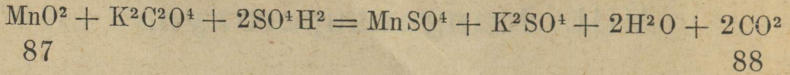
## VIII. Mangansuperoxyd.

A. 2 g fein gepulvertes Superoxyd, genau abgewogen, werden bei 110° bis zu constantem Gewicht getrocknet, die Gewichts-differenz als Feuchtigkeit in Rechnung gestellt.

Vor dem Trocknen		}	Differenz	
Klammerglas + MnO <sup>2</sup> . . . . .	g			g.
Klammerglas allein . . . . .	g			
Braunstein . . .	g			
Nach dem Trocknen		}	=	
Klammerglas + MnO <sup>2</sup> . . . . .	g			Procent
Klammerglas allein . . . . .	g			
MnO <sup>2</sup> . . . . .	g	Feuchtigkeit.		

B. Der Trockenrückstand von A wird mit 4 — 5 g neutralen Kaliumoxalates gemengt, die Mischung in einen Will-Fresenius'schen Kohlensäureapparat gebracht, mit wenig Wasser befeuchtet und, nachdem in die zweite Flasche des Apparates circa 50 ccm reiner Schwefelsäure gebracht sind, der Apparat gut geschlossen, sorgfältig abgetrocknet, gewogen und das Gewicht notirt. Darauf lässt man zu der Superoxydmischung so lange in kleinen Portionen Schwefelsäure über-treten, bis keine Kohlensäureentwicklung mehr wahrgenommen wird und saugt schliesslich die noch in dem Apparat vorhandene Kohlensäure vollständig aus. Endlich wird der ganze Apparat wieder gewogen. (Conf. Fresenius Quantit. Anal. Aufl. 6 B. 2 pag. 380.)

Da



so entspricht die Menge freigewordener Kohlensäure, welche der Differenz der beiden Wägungen gleich ist, fast genau der Menge wahren Mangansuperoxydes und es ist, falls genau 2 g des Präparates in Arbeit genommen war, einfach die Differenz mit 50 zu multipliciren.

Gewicht des W. Fr. Apparates	
vor der Entwicklung der CO <sup>2</sup>	g
Gewicht nach derselben . . . .	g
Differenz . . . .	g =
Procent MnO <sup>2</sup> .	

C. Sollte sich nach der Schwefelsäureeinwirkung im Apparate ein Theil des Braunsteins nicht gelöst haben, so kann der unlösliche Theil mit Wasser abgespült, abfiltrirt, getrocknet, gewogen und als fremde Beimengung in Rechnung gebracht werden.

## IX. Bromkalium.

A. Circa 0,3 g Bromkaliumpulver werden zwischen Klammergläsern abgewogen, bei 110° bis zum constanten Gewicht getrocknet, über Schwefelsäure abgekühlt und wieder gewogen. (Conf. Pauly p. 11.)

Vor dem Trocknen		
Klammerglas + KBr . . . . .	g	Differenz
Klammerglas allein . . . . .	g	
KBr . . . . .	g	g.
Nach dem Trocknen		
Klammerglas + KBr . . . . .	g	=
Klammerglas allein . . . . .	g	
Trockenes KBr .	g	Procent Feuchtigkeit.

B. Circa 0,1 g KBr werden genau abgewogen,

Klammerglas + KBr . . . . .	g
Klammerglas allein . . . . .	g
KBr . . . . .	g

in 10 ccm Wasser gelöst, solange mit Silbernitratlösung, als letztere einen Niederschlag bewirkt, und dann mit 2—3 Tropfen verd. Salpetersäure versetzt. Der Niederschlag wird, möglichst geschützt vor directen Sonnenstrahlen, auf einem zuvor bei 110° getrockneten und zwischen Klammergläsern tarirten Filter abfiltrirt, ausgewaschen, bei 110° getrocknet und gewogen. (Conf. Pauly p. 166.)

Gewicht des Filters.

Klammerglas + Filter . . . . .	g
Klammerglas allein . . . . .	g
Filter . . . . .	g

Filter + Niederschlag.

Klammerglas + Filter + AgBr				g
Klammerglas + Filter . . . . .				g
		AgBr . . . . .		g
Ag Br	Br	Gef. Ag Br		Br?
119	80 =			: x
d. h. in Procenten			Br.	

C. Filtrat und Waschwasser von B werden gemengt, solange mit Chlorwasserstoff versetzt, bis alles Silber ausgefällt worden, filtrirt und das Filtrat in einer Porcellanschale unter Zusatz einiger Tropfen concentrirter Schwefelsäure bis zur Trockne verdampft. Der Rückstand wird in wenig Wasser gelöst, in eine tarirte Platinschale gegossen, wieder verdunstet und solange geglüht, bis die Masse nicht mehr sauer reagirt und keinen weiteren Gewichtsverlust erfährt, dann über Schwefelsäure abgekühlt und gewogen (conf. Pauly p. 30).

Platinschale + K <sup>2</sup> SO <sup>4</sup> . . . . .				g
Platinschale allein . . . . .				g
		K <sup>2</sup> SO <sup>4</sup> . . . . .		g
K <sup>2</sup> SO <sup>4</sup>	K <sup>2</sup>	Gef. K <sup>2</sup> SO <sup>4</sup>		K <sup>2</sup>
174,4	: 78,4 =			: x

Resultat.

Feuchtigkeit . . . . .		%
Brom . . . . .		%
Kalium . . . . .		%
	Summa	%

Die Silberrückstände sind aufzubewahren!

## X. Calciumphosphat.

A. Circa 0,5 g Calciumphosphat werden im bedeckten Porcellantiegel genau abgewogen und bis zum constanten Gewicht geglüht, der Gewichtsverlust wird nach dem Erkalten über Schwefelsäure ermittelt und als Wasser berechnet.

Vor dem Glühen		
Tiegel + Calc.phosph. . . . .	g	} Differenz
Tiegel allein . . . . .	g	
Calc.phosph. . .	g	
Nach dem Glühen		
Tiegel + Calc.phosph. . . . .	g	} = Procent Wasser.
Tiegel allein . . . . .	g	
Trockenes Calc.phosph.	g	

B. Circa 0,5 g Phosphat werden genau abgewogen,

Klammerglas + Calc.phosph. . .	g
Klammerglas allein . . . . .	g
Calc.phosph. . . .	g

in wenig Salpetersäure und Wasser zu 200 cem gelöst. 50 cem dieser Lösung werden mit 10 cem Natriumacetatlösung in einer Kochflasche versetzt. Darauf wird aus einer Bürette unter Umschwenken cubikcentimeterweise Uranlösung zugesetzt, bis nach dem Aufkochen ein mit einem Glasstabe herausgenommener Tropfen beim Auffallen auf ein Körnchen gepulverten gelben Blutlaugensalzes, welches sich in Stecknadelkopfgrosse auf einem weissen Porcellanteller befindet, eine braunrothe Zone erkennen lässt. Hat man so annähernd das zur Ausfällung erforderliche Quantum Uranlösung ermittelt,

so nimmt man von Neuem 50 ccm Calciumphosphatlösung, versetzt sie mit 10 ccm Natriumacetatlösung und dann mit so viel Uranklösung, als nach der ersten Ermittlung nahezu zur Ausfällung der Phosphorsäure erforderlich war. Hierauf wird die Mischung zum Kochen erhitzt und zu der kochenden Flüssigkeit noch tropfenweise (je  $\frac{1}{10}$  ccm auf einmal) so viel Uranklösung gegeben, bis ein herausgenommener Tropfen mit Blutlaugensalz die braunrothe Reaction liefert.

$$\begin{array}{l}
 1 \text{ ccm Uranklösung} = 0,005 \text{ P}^2\text{O}^5 \text{ (0,00675 PO}^4\text{)} \\
 \text{Verbrauch (} \quad \quad \text{g)} \text{ mit 4 multiplicirt} = \\
 \quad \quad \text{ccm} = \quad \quad \text{g P}^2\text{O}^5 = \quad \quad \text{Procent} \\
 \text{oder} \quad \quad \text{g PO}^4 = \quad \quad \text{Procent.}
 \end{array}$$

C. Circa 0,5 g Phosphat

Klammerglass + Calc.phosph. . .	g
Klammerglass allein . . . . .	g
Calc.phosph. . .	g

löse man in Salzsäure, füge der mit Wasser verdünnten Lösung so viel Ammoniak zu, bis eben ein bleibender Niederschlag entsteht, und setze alsdann eine zur Abscheidung des Calciums genügende Menge Oxalsäurelösung zu. Hierauf mache man die Mischung mit Ammoniak alkalisch und unmittelbar darauf mit Essigsäure sauer. Die Mischung wird behufs vollständiger Absetzung 12 Stunden an einen warmen Ort gestellt. Der Niederschlag ist alsdann abzufiltriren, auszuwaschen, zu trocknen und zu glühen. Letztere Operation geschieht in der Weise, dass man den Niederschlag und die Filterasche zunächst im Platintiegel schwach glüht (zur dunklen Rothgluth), den Rückstand mit einer concentrirten Lösung von Ammoniumcarbonat befeuchtet, dieselbe im Wasserbade verdampft und schliesslich den Tiegel mässig auf der directen Flamme, jedoch nicht bis zum Glühen erhitzt.

Der Rückstand besteht aus  $\text{Ca CO}_3$

Tiegel + Filterasche + $\text{Ca CO}_3$	$\frac{\sigma}{\sigma}$	}	d. h.	%	
Tiegel + Filterasche . . . . .			$\text{CaCO}_3$	oder	
$\text{Ca CO}_3$ . . . . .			od	%	Ca.

R e s u l t a t.

Wasser . . . . .	Procent
Phosphorsäure $\text{P}^2\text{O}^5$ . . . . .	Procent
Calciumoxyd $\text{CaO}$ . . . . .	Procent

oder:

Wasser <sup>1)</sup> . . . . .	Procent
Wasserstoff <sup>1)</sup> . . . . .	Procent
Phosphorsäure ( $\text{PO}^4$ ) . . . . .	Procent
Calcium . . . . .	Procent

Die Uranrückstände sind aufzubewahren!

---

1) Da  $\text{PO}^4$  dreiwertig, so ist das, was an der aequivalenten Menge Calcium fehlt, als Wasserstoff anzusetzen und nebst der ihm gleichwerthigen Sauerstoffmenge von in A gefundenem Wasser abzuziehen.

## XI. Magisterium Bismuthi.

A. Circa 0,5 g des Präparates werden im bedeckten Porcellantiegel genau abgewogen und bis zum constanten Gewicht gegläht, der Rückstand als  $\text{Bi}^2\text{O}^3$  gewogen.

### Vor dem Glühen

Tiegel mit Mag. Bism. . . . .	g
Tiegel allein . . . . .	g
Mag. Bism. . .	g

### Nach dem Glühen

Tiegel mit $\text{Bi}^2\text{O}^3$ . . . . .	g
Tiegel allein . . . . .	g
$\text{Bi}^2\text{O}^3$ . . . . .	g

$\text{Bi}^2\text{O}^3$	Bi <sup>2</sup>	Gef. $\text{Bi}^2\text{O}^3$	Bi <sup>2</sup> ?
468	: 420 =		: x
d. h. in Procenten			Bi

B. Circa 0,5 g des Präparates werden zwischen Klammern genau abgewogen,

Klammern + Bism. nitr. . .	g
Klammern allein . . . . .	g
Bism. nitr. . . .	g

in einem tarirten Becherglase mit 10 ccm Normalsodalösung und 40 ccm Wasser gemengt, das Becherglas dann auf etwa 75° erwärmt und bei dieser Temperatur solange erhalten, bis keine Kohlensäureentwicklung mehr bemerkt wird (Bedecken des Glases mit einem grösseren Uhrglase). Darauf wird das Becherglas wieder gewogen, das verdunstete Wasser ersetzt

und die Flüssigkeit filtrirt. 25 ccm des Filtrats werden zum Kochen erhitzt, mit 5 ccm Normalschwefelsäure versetzt, nachdem die Kohlensäureentwicklung aufgehört hat, mit Lackmustrinctur gefärbt und der Säureüberschuss durch Normalnatron zurücktitrirt. Die hier verbrauchte Menge Normalnatron ist mit 2 zu multipliciren; das Product entspricht der Salpetersäuremenge, welche im Präparat vorhanden war.

Normalnatron	$\text{NO}^3$	Verbrauchte Menge Normalnatron	$\text{NO}^3?$	
1 ccm	:	0,062 g =	:	x

### Resultat.

Wismuth . . . . . %

Salpetersäure ( $\text{NO}^3$ ). . . %

---

Die Differenz von 100 .

entspricht dem HO und  $\text{H}^2\text{O}$ , welche in dem Präparat vorhanden sind.

## XII. Ammonium-Ferrosulfat.

A. Die Bestimmung des Ammoniaks wird wie in V B ausgeführt.

Klammerglass + Salz . . . . .		g
Klammerglass allein . . . . .		g
	Salz . . . . .	g
Vorgelegte Säure . . . . .	ccm	1 ccm Normalsäure
Verbraucht Natron . . . . .	ccm	= 0,018 g NH <sup>4</sup>
Durch NH <sup>4</sup> gesättigt . . . . .	ccm	
also NH <sup>4</sup> . . . . .		g, d. h. in Procenten

B. In einer Kochflasche werden 100 ccm Wasser und 10 ccm reine verdünnte Schwefelsäure gekocht. Nachdem die Flüssigkeit einige Zeit im Sieden erhalten, werden circa 0,5 g des Salzes in dieselbe gebracht, worauf so lange aus einer Bürette titrirte Kaliumpermanganatlösung zugefügt wird, bis die Rothfärbung nicht mehr verschwindet, sondern die Flüssigkeit schliesslich einen bleibenden Stich ins Rosenrothe annimmt. 1 ccm Kaliumpermanganatlösung entspricht soviel g oxydulischen Eisens, als auf der Flasche angegeben.

Vergleiche Pauly pag. 76, E. Schmidt pag. 713.

Klammerglass + Salz . . . . .		g
Klammerglass allein . . . . .		g
	Salz . . . . .	g

Verbrauch an Permanganatlösung . . . . . ccm, also oxydulisches Eisen . . . . . g, oder

$$\begin{array}{rcl}
 \text{FeO} & : & \text{F} \\
 72 & : & 56 = \\
 & & \text{gef. FeO} \\
 & & \text{d. h. Eisen}
 \end{array}
 \qquad
 \begin{array}{rcl}
 & & \text{F} \\
 & : & \text{x} = \\
 & & \%
 \end{array}$$

C. Circa 0,5 g

Klammerglas + Salz . . . . .	g
Klammerglas allein . . . . .	g
Salz . . . . .	g

werden in ungefähr 50 ccm Wasser gelöst, mit HCl angesäuert, zum Kochen erhitzt und mit Chlorbaryumlösung in geringem Ueberschuss versetzt. Nach dem vollständigen Absetzen ist die klare Flüssigkeit möglichst ohne den Niederschlag aufzurühren, durch ein Filter von bekanntem Aschengehalt zu giessen, der Niederschlag dann im Becherglase noch zwei bis dreimal mit kochendem Wasser anzurühren, schliesslich auf dem nämlichen Filter zu sammeln und so lange mit kochendem Wasser zu waschen, bis im Filtrate  $\text{AgNO}^3$  kein Opalisiren mehr hervorruft. Das getrocknete Baryumsulfat ist dann in einen gewogenen Tiegel zu bringen, im Verein mit dem in der Platinspirale verbrannten Filter zu glühen und zu wägen.

Gewicht des Baryumsulfates.

Tiegel + Niederschlag . . . . .	g
Tiegel allein . . . . .	g
Niederschlag . . . . .	g
ab Filterasche . . . . .	g
BaSO <sup>4</sup> . . . . .	g

Ba SO <sup>4</sup>	SO <sup>4</sup>	gef. BaSO <sup>4</sup>	SO <sup>4</sup>
233	: 96	=	: x
d. h. in Procenten			SO <sup>4</sup> .

### XIII. Legierung von Zinn, Blei u. Zink.

A. Circa 0,8 — 1 g der möglichst fein geraspelten Legierung werden genau abgewogen und in einem Becherglase mit Salpetersäure von mindestens 1,3 spec. Gew. übergossen. Nachdem die erste stürmische Reaction vorüber, wird schwach erwärmt (das Becherglas ist mit einem Uhrglase zu bedecken), bis die Metazinnsäure weiss geworden. Darauf wird (nach Entfernung resp. Abspritzen des Uhrglases) im Wasserbade ausgetrocknet, der Rückstand in Wasser unter Zusatz von etwas verdünnter Salpetersäure so weit als möglich gelöst, das Zinnoxid abfiltrirt, anfangs mit salpetersäurehaltigem, später mit reinem Wasser ausgewaschen. Filter und Niederschlag werden getrocknet, letzterer dann vom Filter entfernt, das Filter mit concentrirter Ammoniumnitratlösung getränkt, getrocknet, im Porcellantiegel verbrannt, zur Asche das Zinnoxid gegeben, schwach geglüht und nach dem Erkalten über Schwefelsäure gewogen. (Conf. Pauly pag. 134).

Klammerglas + Legierung . . . . .	σ
Klammerglas allein . . . . .	σ
<hr/>	
Legierung . . . . .	σ
Tiegel + SnO <sub>2</sub> . . . . .	σ
Tiegel allein . . . . .	σ
<hr/>	
Glührückstand . . . . .	σ
ab Filterasche . . . . .	σ
<hr/>	
Sn O <sub>2</sub> . . . . .	σ

Sn O <sub>2</sub>	Sn	Gef. Sn O <sub>2</sub>	Sn ?
150	: 118	=	: X
d. h. in Procenten			Sn.

*B.* Die vom Zinnoxid abfiltrirte Flüssigkeit und das Waschwasser werden in einer Porcellanschale mit verdünnter Schwefelsäure versetzt, bis alles Blei gefällt, darauf wird die Mischung im Wasserbade und zuletzt auf freiem Feuer solange erhitzt, bis die Salpetersäure verflüchtigt ist. Der Rückstand wird nach dem Erkalten in ca. 5 ccm Wasser gelöst, auf ein Filter gebracht, mit ebensoviel Wasser nachgespült und endlich mit 40proc. Weingeist nachgewaschen. Filter und Niederschlag werden getrocknet, der Niederschlag von letzterem entfernt, das Filter wie in *A* verbrannt und die Asche mit dem Bleisulfat schwach geglüht. Nach dem Erkalten über Schwefelsäure wird gewogen. (Conf. Pauly pag. 107.)

Porcellantiegel + PbSO <sub>4</sub> . . . . .	g
Porcellantiegel allein . . . . .	g
PbSO <sub>4</sub> . . . . .	g
ab Filterasche . . . . .	g
PbSO <sub>4</sub> . . . . .	g

Pb SO <sub>4</sub>	Pb	Gef. Pb SO <sub>4</sub>	Pb ?
303	: 207 =		: x
d. h. in Procenten			Pb.

*C.* Das Filtrat und Waschwasser vom Bleisulfat werden in einem Becherglase zum Sieden erhitzt, portionsweise mit Natriumcarbonat versetzt bis kein weiterer Niederschlag erfolgt, dann wird filtrirt, mit siedendem Wasser ausgewaschen und Filter und Niederschlag getrocknet. Auch hier wird das Filter zuerst allein wie in *A* verbrannt, dann das Zinkcarbonat mit der Asche gemengt, bis zu constantem Gewicht geglüht und nach dem Erkalten gewogen. (Conf. Pauly pag. 88).

Tiegel + ZnO . . . . .	gr
Tiegel . . . . .	gr
<hr/>	
Rückstand . . . . .	gr
ab Filterasche . . . . .	gr
<hr/>	
ZnO . . . . .	gr

ZnO	Zn	Gef	ZnO	Zn ?
81	:	65	=	: X
das heisst in Procenten				Zn

R e s u l t a t :

Zinn . . . . .	Procent
Blei . . . . .	Procent
Zink . . . . .	Procent
<hr/>	

## XIV. Quecksilbersalbe.

*A.* Circa 1 g der Salbe wird genau abgewogen und mit Petrolaether in eine trockene Kochflasche gespült, schwach erwärmt, bis sich das Fett im Petrolaether vertheilt hat, darauf alles auf ein bei 100° getrocknetes und dann gewogenes Filter gebracht und solange mit Petrolaether nachgespült, bis ein Tropfen der Flüssigkeit, auf einem Stück blauen Briefpapiers verdunstet, dort keinen Fettflecken mehr veranlasst. Das Filter wird in einer tarirten Schale bei 100° wieder getrocknet und nach dem Abkühlen gewogen.

Uhrglas + Salbe . . . . .	g
Uhrglas allein . . . . .	g
Salbe . . . . .	g
Schale + Filter + Hg . . . . .	g
Schale + Filter . . . . .	g
Hg . . . . .	g

d. h. in Procenten Hg.

*B.* Die Petrolaetherlösung des Fettes von *A* wird in einem parallelwandigem Glasschälchen allmählig verdunstet und der Rückstand bei 100° erwärmt, bis er sein Gewicht nicht weiter verringert, dann abgekühlt und gewogen.

Glasschale + Fett . . . . .	g
Glasschale allein . . . . .	g
Fett . . . . .	g

d. h. in Procenten Fett.

C. Zur Controle für A kann das dort erhaltene Quecksilber in möglichst wenig Königswasser gelöst und die Lösung in derselben Porcellanschale verdunstet werden, der Rückstand kann wieder in ausgekochtem Wasser unter Zusatz einiger Tropfen Salzsäure aufgenommen, das Quecksilber so rasch als möglich durch Schwefelwasserstoff gefällt und auf bei 110° getrocknetem und dann tarirtem Filter abfiltrirt, ausgewaschen, endlich getrocknet und gewogen werden. (Conf. Pauly p. 125.)

Klammerglas + Filter + HgS . . . . .	g
Klammerglas + Filter . . . . .	g
HgS . . . . .	g

$$\begin{matrix} \text{HgS} & & \text{Hg} & & \text{Gef. HgS} & & \text{Hg?} \\ 232 & : & 200 & = & & : & x. \end{matrix}$$

Also g Hg, d. h. in Procenten Hg.

Resultat:

Quecksilber . . . . .	Procent
Fett . . . . .	Procent

## XV. Opiumpulver.

A. Circa 0,5 g werden zur Trockenbestimmung bei 100° verwendet.

Vor dem Trocknen		
Klammerglas + Pulver . . . . .	ss	} Differenz
Klammerglas allein . . . . .	ss	
Opium . . . . .		
	ss	} = g, d. h.
Nach dem Trocknen		
Klammerglas + Opium . . . . .	ss	} Procent Feuchtigkeit.
Klammerglas allein . . . . .	ss	
Trockenes Opium		
	ss	

B. 6 g feines Opiumpulver reibt man nach Dietrich mit 6 g Wasser an, verdünnt, spült die Mischung mit Wasser in ein gewogenes Kölbchen und bringt den Inhalt durch weiteren Wasserzusatz auf 54 g Gesamtgewicht.

Man lässt unter öfterem Schütteln nur  $\frac{1}{4}$  Stunde lang stehen und filtrirt dann durch ein Faltenfilter von 10 cm Durchmesser.

42 g des Filtrates versetzt man mit 2 g einer Mischung aus 17 g Ammoniakflüssigkeit und 83 g Wasser, mischt gut durch Schwenken (nicht Schütteln) und filtrirt sofort durch ein bereitgehaltenes Faltenfilter von 10 cm Durchmesser.

36 g dieses Filtrates mischt man in einem genau gewogenen Kölbchen durch Schwenken mit 10 g Essigäther, fügt 4 g der obigen verdünnten Ammoniakflüssigkeit hinzu, verkorkt das Kölbchen und schüttelt 10 Minuten lang recht kräftig.

Um die durch das Schütteln gebildete Emulsion zu trennen, fügt man dann sofort 10 g Essigäther hinzu, giesst die Essigätherschicht vorsichtig und so weit wie möglich ab, fügt nochmals 10 g Essigäther hinzu und wiederholt das Abgiessen. Man bringt nun den Inhalt des Kölbchens mit der geringen überstehenden Essigätherschicht und ohne Rücksicht auf die im Kölbchen verbleibenden Krystalle auf ein glattes Filter von 8 cm Durchmesser und spült Kölbchen und Filter zweimal mit 5 g essigäthergesättigtem Wasser nach.

Nachdem man das Kölbchen gut hat austropfen lassen, und das Filter ebenfalls vollständig abgelaufen ist, trocknet man beide bei 100°, bringt den Filterinhalt mittelst Pinsels in das Kölbchen und setzt das Trocknen bis zum gleichbleibenden Gewicht fort.

#### Bestimmung des Morphins.

Flasche + Morphin . . . . .	g
Flasche . . . . .	g
Morphin . . . . .	g

d. h. Procent Morphin.

Der bei Behandlung mit Wasser bleibende Rückstand kann auf bei 100° getrocknetem und tarirtem Filter abfiltrirt, später getrocknet und gewogen werden.

#### Bestimmung der in Wasser unlöslichen Substanz.

Klammerglas + Filter + Rückstand .	g
Klammerglas + Filter . . . . .	g
Unlöslicher Rückstand	g

d. h. in Procenten Rückstand.

#### Resultat.

Feuchtigkeit . . . . .	Procent
Unlösliches . . . . .	Procent
Morphin . . . . .	Procent.

## XVI. Galläpfelpulver.

*A.* Circa 0,5 g werden der Feuchtigkeitsbestimmung bei 100° unterworfen.

Vor dem Trocknen.

Klammerglas + Pulver . . . . .	g	}	Differenz = gram, d. h.
Klammerglas allein . . . . .	g		
Pulver . . . . .	g		

Nach dem Trocknen.

Klammerglas + Pulver . . . . .	g	}	Procent Feuchtigkeit.
Klammerglas allein . . . . .	g		
Trockenes Pulver	g		

*B.* Der Rückstand von *A* wird in einer Platinschale eingeäschert und nach dem Erkalten über Schwefelsäure gewogen.

Platinschale + Asche . . . . .	g
Platinschale allein . . . . .	g
Asche . . . . .	g

d. h. in Procenten                      Asche.

*C.* 5 g des Pulvers werden mit 50 ccm Wasser 1/2 Stunde unter Rückflusskühlung gekocht, auf getrocknetem und gewogenem Filter filtrirt, mit siedendem Wasser nachgewaschen und Filtrat und Waschwasser auf 100 ccm gebracht. Der im Wasser unlösliche Theil wird mit dem Filter bei 100° getrocknet und gewogen.

Klammerglas + Filter + Rückstand	g
Klammerglas + Filter . . . . .	g
Unlöslicher Rückstand	g

d. h. in Procenten                      Rückstand.

*D.* Der nach *C* bereitete Auszug des Pulvers dient zur Bestimmung des Gerbstoffes nach dem Verfahren von Löwenthal-Schroeder (conf. Schmidt pharm. Chem. B. II p. 1072). Zu dieser Bestimmungsmethode ist erforderlich:

1) Chamäleonlösung, 10 g  $K^2Mn^{2}O^8$  zu sechs Liter gelöst; 2) Indigolösung, 30 g Indigocarmin in drei Liter verdünnter Schwefelsäure (1:5) gelöst und diese Lösung mit drei Liter Wasser verdünnt; 3) entfettetes Hautpulver; 4) Tanninlösung, 2 g bei  $100^{\circ}C$ . getrockneten, reinsten Tannins zu 1000 ccm gelöst.

Zur Einstellung der Chamäleonlösung gegen die Indigolösung verdünnt man 20 ccm der letzteren mit 750 ccm Wasser, lässt aus einer mit Glashahn versehenen Burette je 1 ccm der Chamäleonlösung auf einmal zufließen und rührt nach jedem Zusatz fünf bis 10 Secunden lang stark um. Ist die Flüssigkeit nur noch hellgrün gefärbt, so lässt man vorsichtig, unter Umrühren, nur noch zwei bis drei Tropfen Chamäleonlösung auf einmal zufließen, bis die Flüssigkeit rein goldgelb erscheint. Die Titration selbst ist in einer weissen Porcellanschale oder in einem, auf weisses Papier gestellten Becherglase auszuführen. 20 ccm Indigolösung erfordern etwa 10,7 ccm Chamäleonlösung.

Zur Titerstellung der Chamäleonlösung (als Tannin ausgedrückt) vermischt man 10 ccm obiger Tanninlösung mit 750 ccm Wasser und 20 ccm Indigolösung und titirt diese Mischung in der gleichen Weise mit Chamäleonlösung, wie oben erörtert ist. Sind bei der Titration von 20 ccm Indigolösung *a* ccm, bei der Titration von 20 ccm Indigo- und 10 ccm Tanninlösung *b* ccm Chamäleonlösung verbraucht, so entsprechen  $b - a$  ccm 10 ccm Tanninlösung = 0,02 g Tannin. Der so für 1 ccm Chamäleonlösung ermittelte Titer an Tannin ist noch mit 1,05 zur Erzielung des wahren Titers (auf Tannin, welches durch Haut fällbar ist, bezogen) zu multipliciren.

Die Gerbstofflösung muss einen derartigen Gehalt an Gerbstoff haben, dass 10 ccm derselben 4 bis 10 ccm Chamäleonlösung reduciren.

Zur Ermittlung des Gerbstoffgehaltes der nach C gewonnenen Gerbstofflösung titirt man einestheils 10 ccm davon direct mit Chamäleonlösung (unter Zusatz von 20 ccm Indigolösung), wie oben erörtert, andererseits behandelt man 50 ccm der Gerbstofflösung in einem mit Glasstopfen verschlossenen Glase, unter öfterem Umschütteln, 18 bis 20 Stunden lang mit 3 g eingeweichtem und dann wieder gut ausgepresstem Hautpulver, filtrirt hierauf und titirt von dem Filtrate 10 ccm abermals in obiger Weise mit Chamäleonlösung. Die Differenz des Chamäleonverbrauches wird unter Berücksichtigung des Tannintiters der Chamäleonlösung als T a n n i n berechnet.

1) Titration mit Chamäleon vor Beh. mit Haut	ccm
2) " " " nach derselben . .	ccm
	Differenz . . .
	ccm
d. h. Tannin	Procent.

### R e s u l t a t :

Feuchtigkeit . . . . .	Procent
Asche . . . . .	Procent
In Wasser unl. Subst. . .	Procent
Gerbstoff (Tannin) . . . .	Procent

## XVII. Traubenzucker.

A. Circa 0,5 g des feingepulverten Zuckers werden bei 100<sup>o</sup> der Feuchtigkeitsbestimmung unterworfen.

### Vor dem Trocknen.

Klammerglas + Zucker . . . . .	g
Klammerglas allein . . . . .	g
Zucker . . . . .	g

### Nach dem Trocknen.

Klammerglas + Zucker . . . . .	g
Klammerglas allein . . . . .	g
Trockener Zucker	g

B. 5 g Zucker werden in soviel Wasser gelöst, dass 50 ccm Solution entstehen. Letztere wird unter Rückflusskühlung  $\frac{1}{4}$  Stunde gekocht, nach dem Erkalten filtrirt, eventuell wieder auf das Volumen von 50 ccm gebracht und im Wild'schen Polaristrobometer auf ihre Drehkraft untersucht. (In jedem Quadranten der Trommel 3 Einstellungen mit der leeren und gefüllten Röhre.)

Leer.	Voll.		Leer.	Voll.
-------	-------	--	-------	-------

Mittel . .

Differenz .



## XVIII. Fleischpulver auf Stickstoffgehalt.

Circa 2 g Fleischpulver werden nach der Methode von Kjeldahl zur Stickstoffbestimmung verwendet.

Klammerglas + Fleischpulver . . . . .	g
Klammerglas allein . . . . .	g
Fleischpulver . . . . .	g

Zur Ausführung dieser Bestimmung übergießt man in einem etwa 300 ccm fassenden Randkolben die zu analysierende Substanz mit 15 bis 20 ccm eines Gemisches aus gleichen Theilen reiner concentrirter Schwefelsäure und rauchender Schwefelsäure, verschliesst den Kolben mit einem kleinen Trichter und erhitzt ihn in schräger Stellung auf dem Drahtnetze, und zwar anfänglich gelinde, dann etwas stärker und zuletzt bis zum schwachen Sieden der Säure. Das Erhitzen ist so lange fortzusetzen (etwa zwei Stunden), bis die Flüssigkeit eine gelbe Farbe angenommen hat. Hierauf entfernt man den Kolben vom Feuer und trägt gepulvertes Kaliumpermanganat in kleinen Mengen in die heisse Flüssigkeit ein. Unter lebhafter Reaction wird hierdurch die Flüssigkeit alsbald entfärbt, bezüglich bei weiterem Zusatz grün gefärbt. Hierauf lässt man erkalten, giesst dann die Flüssigkeit in einen, etwa 750 ccm fassenden Destillirkolben, welcher etwas Wasser enthält, spült mit Wasser nach und setzt zu der erkalteten Mischung starke Natronlauge bis zur schwachsauren Reaction. Nach abermaligem Erkalten füge man Natronlauge im Ueberschuss zu und unterwerfe das etwa 250 ccm betragende Liquidum mit Kühler der Destillation. Die entweichenden ammoniakalischen Dämpfe sind in 30 ccm vorgelegter  $\frac{1}{10}$  Normal-Schwefelsäure aufzufangen. Nach Beendi-

gung der Operation ist dann die Flüssigkeit aus der Vorlage in eine geräumige Porcellanschale zu giessen, die Vorlage ebenso wie das dazwischen befindliche Verbindungsrohr gut nachzuspülen, etwas Lackmus oder Rosolsäurelösung zuzusetzen und dann soviel  $\frac{1}{10}$  Normal-Natronlauge zufließen zu lassen, als zur Neutralisation erforderlich ist.

Vorgelegte Säure . .	ccm	} 1 ccm $\frac{1}{10}$ Normalsäure = 0,0018 g $\text{NH}^+$ od. 0,0014 N.
Verbraucht Natron .	ccm	
<hr/>		
Durch $\text{NH}^4$ gesättigt.	ccm	

Also N g, d. h. in Procenten

## XIX. Elementaranalyse des Amylum.

### A. Trockenbestimmung bei 110°.

Vor dem Trocknen		
Klammerglas + Amylum . . . .	gg	} Differenz
Klammerglas allein . . . . .	gg	
Amylum . . . .		gg
=		
Nach dem Trocknen		
Klammerglas + Amylum . . . .	gg	} Procent Feuchtigkeit.
Klammerglas allein . . . . .	gg	
Trockenes Amylum		gg

B. Circa 0,5 g, genau abgewogen, werden mit Kupferoxyd im Sauerstoffstrom verbrannt,

Klammerglas + Amylum . . . .	gg	
Klammerglas allein . . . . .	gg	
Amylum . . . .		gg
= trockenem Amylum . .		gg

ergaben nach dem Verbrennen

Gewicht der Kohlensäureapparate . .	gg	
Vor dem Verbrennen . . . . .	gg	
Kohlensäure . .		gg

$$\text{CO}^2 \quad \text{C} \quad \text{Gef. CO}^2 \quad \text{C?}$$

$$44 \quad : \quad 12 \quad = \quad \quad : \quad x,$$

also  $\text{g C} =$  Procent (auf wasserfreies Amylum berechnet).

Gewicht des Chlorcalciumapparates . . . . .	03
Vor dem Verbrennen . . . . .	03
<hr/>	
Wasser . . . . .	03
ab hygrosk. Feuchtigkeit (conf. A) . . . . .	03
<hr/>	
Wasser aus dem Amylum . . . . .	03

$$\begin{array}{ccccccc}
 \text{H}^2\text{O} & & \text{H} & & \text{Gef. H}^2\text{O} & & \text{H?} \\
 18 & : & 2 & = & & : & x \\
 \text{d. h.} & & & & \text{g H} & = & \text{Procent} \\
 & & & & & & \text{(auf wasserfreies Amylum berechnet).}
 \end{array}$$

R e s u l t a t :

Kohlenstoff . . . . .	Procent
Wasserstoff . . . . .	Procent
<hr/>	

Die Differenz zwischen dieser Summe und 100  
 = Procent entspricht dem Sauerstoff.

Est

A-13716

25026