

# ANNALEN DER PHARMACIE.

XXXII. Bandes drittes Heft.

---

## Methode zur Untersuchung von Stahl, Stab- und Gufseisen.

---

Diese von Berzelius\*) angegebene Methode ist folgende: Das so fein als möglich gepulverte Eisen wird mit einer Auflösung von Kupferchlorid digerirt, die mehr als hinreichend ist, um es in Eisenchlorür umzuwandeln. Bei einer Temperatur von etwa 50° ist dies nach 24 Stunden geschehen, wenn nicht das Eisen in zu großen Stücken angewandt worden ist; mittelst eines Glasstabes erkennt man leicht, ob noch harte Körner vorhanden sind. Die Flüssigkeit wird abgossen, und durch eine trichterförmig ausgezogene Röhre filtrirt, in deren Verengerung man eine zusammgedrückte Masse von Asbest, die vorher in Salzsäure gekocht, ausgewaschen und geglüht worden ist, gelegt hat. Man kann statt des Asbestes Platinschwamm benutzen, aber nicht mit derselben Sicherheit.

Das zurückgebliebene, mit Kohle vermischte Kupfer wird mit neuem Kupferchlorid übergossen, diesmal concentrirt, mit Salzsäure vermischt und damit digerirt, bis das Kupfer in der Säure als Chlorür aufgelöst ist.

Nach der Filtration wird zuerst mit Salzsäure das Chlorür und darauf durch Wasser die Salzsäure ausgewaschen. Kommt es nun nicht auf die äußerste Genauigkeit an, so wird der

---

\*) Poggend. Annal. Bd. XXXXVI. S. 42.

Rückstand in einem Luftstrom getrocknet, der durch ein Chlorcalciumrohr gegangen ist, während die Masse in einem passenden Bad bis auf etwa 130° C. erhitzt wird. — Wenn das Gewicht der Röhre und des Asbests vorher bekannt ist, so erhält man jetzt durch die Wägung der Röhre das Gewicht des Rückstandes. Man nimmt alsdann so viel davon, als man frei von Asbest erhalten kann, wägt, verbrennt die Kohle und analysirt den Rückstand.

Aber diese Bestimmung ist niemals vollkommen richtig, denn 1) giebt diese Masse, wenn sie in der Röhre erhitzt wird, sowohl in Luft als auch in Sauerstoff immer Produkte der trockenen Destillation, die beweisen, daß sich eine Verbindung von Kohle und Wasserstoff, vielleicht auch mit Sauerstoff bildet, wenn die mit dem Eisen chemisch verbundene Kohle ausgeschieden wird; 2) condensirt dieselbe in ihren Poren Luft und Wasser mit einer solchen Kraft, daß sie sich erwärmt, wenn man, nachdem sie im luftleeren Raume getrocknet ist, Luft zuläßt.

Man thut deshalb besser, die zurückgebliebene Masse mit dem Asbest herauszunehmen; zuerst mit kohlen saurem Kali zu mischen und sodann mit dem 30-, 40- bis 50fachen Gewicht von Kupferoxyd, und den Kohlengehalt zu bestimmen, wie bei einer organischen Analyse

Der Rückstand von Stahl und Stabeisen läßt sich in der selben Röhre, in der er abfiltrirt worden, durch einen langsamen Strom von Sauerstoff verbrennen, der über Quecksilber aufgefangen wird, und aus dem man die Kohlensäure durch Kalihydrat absorbiren läßt, nach der in den Nachträgen zum 7ten Bande von Berzelius Lehrbuch S. 628 beschriebenen verbesserten Methode. Auf diese Weise hat es sich ergeben, daß gepuddeltes Eisen nur  $\frac{1}{10}$  so viel Kohle enthält, als Stabeisen auf gewöhnliche Weise in einem deutschen Frischfeuer bearbeitet.

Um andere fremde Bestandtheile zu bestimmen, bedient man sich der folgenden Methode:

Man löst in einer Gasentwicklungsflasche, in deren Hals eine starke konische fast bis auf den Boden reichende und mit einem Glasstöpsel versehene Röhre luftdicht eingeschliffen ist, das Eisen in Salzsäure auf und zwar nicht weniger als 10 Grm., oft bedarf man viel mehr. Das Gas wird durch eine in dem anderen Tubus der Flasche angebrachte Röhre in einen dem Liebig'schen Kaliapparat ähnlichen Apparat geleitet, der verdünntes, mit etwas salpetersaurem Silberoxyd gemischtes Ammoniak enthält. Um zu verhindern, daß feine, von der Flüssigkeit mit in die Höhe gerissene Theile dem Gase folgen, ist in die Entwicklungsröhre ein kleiner Pfropf von Baumwolle eingesetzt. Schwefel, Arsenik und allenfalls auch Phosphor werden von der ammoniakalischen Silberlösung während des langsamen Durchgangs des Gases aufgenommen. Man läßt die Lösung so langsam von Statten gehen, daß mehrere Tage dazu gehören, und erwärmt zuletzt die Flasche. Dabei erhält man immer eine kleine Fällung von Silber, das von ganz reinem Eisen nichts anderes als Kohlen-Silber zu seyn scheint. — Den Niederschlag in der Silberlösung behandelt man am besten auf trockenem Wege mit Salpeter und scheidet dann nach den gewöhnlichen Methoden Schwefel-, Arsenik- und Phosphor-Säure.

Die Lösung in der Flasche wird von dem Ungelösten abfiltrirt und dieses auf Arsenik, Phosphor, Vanadin und Talkerde untersucht, entweder nach vorhergegangener Behandlung mit Königswasser, oder nach vorsichtiger Oxydation auf trockenem Wege mittelst Salpeter und kohlensaurem Natron, wobei indeß die Kieselerde nachher zuerst abgeschieden werden muß.

Die Auflösung wird oxydirt durch Salpetersäure oder noch besser durch Sättigung mit Chlorgas, worauf das Eisen-

oxyd ausgefällt wird mit *reinem* kohlsauren Bleioxyd, das etwas im Ueberschuß zugesetzt wird. Die Auflösung wird abfiltrirt, der Niederschlag ausgewaschen, die Flüssigkeit im Wasserbade bis zur Trockne abgedunstet und mit Alkohol von 0,81 behandelt, der das Chlorblei zurückläßt. Den Rückstand der alkoholischen Auflösung untersucht man auf Kalk, Alkali, Mangan und was er sonst enthalten mag. Das Chlorblei kann man durch Schwefelwasserstoff zerlegen und die Flüssigkeit untersuchen.

Den durch kohlsaures Bleioxyd erhaltenen Niederschlag behandelt man auf trockenem Wege mit kohlsaurem Kali und kohlsaurem Natron. Das nachher ausgezogene Alkali untersucht man auf Thonerde, Phosphorsäure, Arsensäure und andere mehr. — Auf diese Weise kann schwerlich irgend ein bekannter Körper unentdeckt bleiben.

---

## Quantitative Bestimmung von Kupfer.

---

Das Princip dieser von Runge \*) angegebenen Bestimmung beruht darauf, daß sich Kupferchlorid beim Kochen mit metallischem Kupfer in Kupferchlorür verwandelt, wobei sich eben so viel Kupfer auflöst, als in dem angewendeten Chlorid schon enthalten ist. Man löst das nach bekannten Methoden abgeschiedene Kupferoxydhydrat in überschüssiger Salzsäure auf und kocht mit einer gewogenen Menge Kupfer so lange, bis die braune Farbe der Flüssigkeit in die hellgelbe übergegangen ist und sich nicht mehr ändert. Der Gewichtsverlust, den das Kupfer hierbei erleidet, zeigt nun genau die Menge Kupfer an, welche in der untersuchten Menge Oxyd

---

\*) Poggend. Annal. Bd. XLVII. S. 618.