

mit blauer Lackmustinctur gearbeitet hatte, so mussten die sämtlichen vereinigten Flüssigkeiten, welche 27,61 CC. Normalkleesäure erhalten hatten, mit Normalnatron wieder blau gemacht werden. Dazu wurden 0,2 CC. Normalnatron verbraucht, folglich ist das Maass des Ammoniaks, welches durch die vollständige Zersetzung des Gaswassers erhalten wurde, gleich 27,41 CC.; und diese sind gleich 27,41 mal 0,017 = 0,46597 Grm.

100 CC. würden demnach 0,621 Grm. und das Litre Gaswasser 6,21 Grm. Ammoniak enthalten.

Da das Gaswasser nur nach Maass angewendet wird, so war es nicht nothwendig, sein specifisches Gewicht zu bestimmen.

Neuntes Capitel.

Gebundenes Ammoniak in neutralen Salzen.

Wenn Ammoniaksalze ganz neutral sind, so bietet die Anwendung des titrirten ätzenden Natrons das bequemste Mittel, den Säuregehalt des Ammoniaksalzes und folglich auch den Ammoniakgehalt sehr genau zu bestimmen.

Wenn ein neutrales Ammoniaksalz mit überschüssigem ätzendem Natron anhaltend gekocht wird, so verflüchtigt sich das Ammoniak vollständig und die Säure bleibt an das Natron gebunden. Sie hat einen äquivalenten Theil des Natrons gesättigt und man hat nur noch den nicht gesättigten Theil durch Kleesäure aus der Bürette abzutitriren, um daraus den Ammoniakgehalt zu finden. Da hierbei alles Ammoniak entfernt ist, so hat man nur Aetznatron durch Kleesäure zu sättigen, wobei der Farbenwechsel sehr bestimmt und sichtbar ist.

Man muss in jedem Falle einen Ueberschuss von Natron angewendet haben. Ist dies nicht der Fall, so kocht sich die blaue Flüssigkeit violett. Die Operation führt sich in der folgenden Art aus.

Zunächst muss das fragliche Ammoniaksalz oder das Gemenge, worin ein solches enthalten ist, auf seine Neutralität geprüft werden. Ohne dies würde man unsicher bleiben, ob das Salz nicht mit freier Säure einen Theil des Natrons gesättigt habe, dem nun kein Theil des Ammoniaks entspricht. Wenn das Salz vollkommen neutral ist, so wägt man es in einer passenden Menge (2 bis 4 Grm.) genau ab, bringt diese in eine Kochflasche und giebt mit einer Pipette eine überschüssige Menge Probenatron nebst etwas Lackmustinctur hinzu.

Nach unserm Systeme, worin 1 Atom auf 1 Litre kommt, würden 100 CC. Probenatron $\frac{1}{10}$ Atom = 5,346 Grm. Salmiak zersetzen. Man hatte demnach für 100 CC. Probenatron weniger als 5,346 Grm. Salmiak zu nehmen. Z. B. auf 20 CC. Probenatron 1 Grm. Salmiak. In jedem Falle ist dann Natron im Ueberschuss. Die Kochflasche bringt

man auf eine Spiritusflamme und lässt kochen, indem man die Flasche mit einem Korkstopfen schliesst, der mit einer dünnen, offenen Glasröhre versehen ist. Die Wasser- und Ammoniakdämpfe strömen dann aus einer engen Oeffnung aus und man kann durch ein in den Dampfstrahl gehaltenes rothes Lackmuspapier oder noch besser durch ein in einer Lösung von salpetersaurem Quecksilberoxydul getränktes Papier (Otto, Annal. d. Chem. u. Pharm., Bd. 93, S. 375), welches geschwärzt wird, aufs Schärfste erkennen, ob in dem Dampfe noch Ammoniak enthalten ist. Wenn durch die ausströmenden Wasserdämpfe das eine oder andere Papier gar nicht mehr verändert wird, kann man die Operation als beendet ansehen. Man lässt die Flasche etwas erkalten, bringt sie unter die mit Normalkleesäure gefüllte Bürette und lässt unter Umschwenken tropfenweise die Säure hineinfallen, bis die blaue Farbe in die violette verwandelt ist. Der folgende Tropfen macht dann ganz roth. Zieht man die verbrauchten CC. Säure von der Menge des ursprünglich zugesetzten Natrons ab, so erhält man die Menge des durch die Säure des neutralen Ammoniaksalzes gesättigten Probenatron. Nach der Tabelle berechnet man dann die Menge des neutralen Salzes oder des reinen Ammoniaks je nach dem Zweck der Analyse.

Analysen.

1 Grm. sehr reinen sublimirten Salmiaks mit 20 CC. Probenatron gekocht, bis die Dämpfe nicht mehr alkalisch reagirten, erforderte 1,2 CC. Kleesäure, um die blaue Farbe in violett zu verwandeln. Es waren also 18,8 CC. Natron gesättigt worden. Diese Zahl mit dem tausendsten Theile des Atomgewichts des Salmiaks 53,46 multiplicirt, giebt 1,005 Grm. Salmiak statt 1 Grm.

1 Grm. Salmiak in derselben Weise mit 20 CC. Probenatron behandelt, erforderte 1,3 CC. Kleesäure. Verbrauchtes Natron 18,7 CC. = 0,9997 Grm. Salmiak statt 1 Grm.

Das Mittel aus beiden Versuchen ist 1,00237 Grm. statt 1 Grm., was als sehr genau anzusehen ist.

Aus dem Umstande, dass sich ein neutrales Ammoniaksalz schärfer als kohlen-saures Ammoniak bestimmen lässt, wurde ich zu dem Versuche geführt, das kohlen-saure Ammoniak durch Salmiak hindurchzuführen und den Säuregehalt in diesem zu bestimmen.

2 Grm. kohlen-saures Ammoniak wurden in verdünnte Salzsäure geworfen und während des Aufbrausens eine Glasschale darüber gelegt. Die Flüssigkeit war nach der Lösung entschieden sauer, was durch einen Tropfen Lackmustinctur gefunden wurde. Die Flüssigkeit wurde zur Trockne verdampft, eine stärkere Erhitzung des Salmiaks aber vermieden. Der trockene Salmiak wurde mit Wasser in eine Kochflasche gespült, mit 40 CC. Probenatron bis zur Vertreibung des Ammoniaks gekocht und dann mit Säure violett titirt. Es waren 12,5 CC. Säure

verbraucht worden. Das gesättigte Natron betrug demnach 27,5 CC. = 0,4675 reinem Ammoniak = 23,375 Proc.

Zum Gegenversuch wurden 2 Grm. desselben kohlensauen Ammoniaks mit 30 CC. Probesäure gekocht und nachher noch 2,6 CC. Natron erfordert. Es sind demnach 27,4 CC. Säure gesättigt worden = 0,4658 Grm. = 23,29 Proc. Ammoniak.

Zehntes Capitel.

Alkalische Erden.

Zur maassanalytischen Bestimmung der alkalischen Erden, so wie der Metalloxyde im reinen und kohlensauen Zustande eignet sich die Kleesäure nicht, weil sie mit diesen Körpern unlösliche Verbindungen bildet, welche die noch ungelösten Bestandtheile umhüllen und ihre fernere Zersetzung verhindern. Es musste demnach eine andere Säure gewählt werden, welche frei von diesem Fehler ist. Als eine solche bot sich mir die Salpetersäure dar, und die damit gemachten Versuche und Bestimmungen zeigten eine solche Schärfe, dass man auch füglich diese Säure als alkalimetrisches Mittel hätte anwenden können. Die Salpetersäure wirkt in der Verdünnung von 1 Atom aufs Litre sehr stark auf Lackmuspigment, und sie ist selbst beim Kochen in dieser Verdünnung nicht flüchtig, abgesehen davon, dass sie durch die Versuche selbst noch weit mehr verdünnt wird und vor der Erhitzung immer schon ein grosser Theil derselben gesättigt ist. Die Salpetersäure hat gegen die Kleesäure den Nachtheil, dass sie nicht sogleich durch eine einfache Lösung eine titrirte Flüssigkeit giebt, sondern dass erst der Titre durch einen Versuch bestimmt werden muss. Dagegen hat sie vor der Schwefelsäure und Salzsäure den Vorzug, dass sie mit allen Oxyden neutrale lösliche Salze giebt. Aus diesem Grunde eignet sie sich ganz besonders zur Bestimmung der Kohlensäure im gebundenen und freien Zustande. Die Salpetersäure muss vorher titirt werden, entweder ihr Werth festgestellt zu einem basischen Oxyde, oder sie muss auf eine bestimmte Stärke, beispielsweise unsere Normalstärke, gestellt werden.

Richtigstellung der Salpetersäure.

Man nimmt reine chlorfreie Salpetersäure, welche durch Rectification der rohen Säure des Handels von 1,4 — 1,45 specif. Gewicht, nachdem die chlorhaltigen Theile vorweg abgenommen sind, erhalten worden ist, und verdünnt sie in einem Kolben mit destillirtem Wasser, bis sie farblos ist. Alsdann erhitzt man die Flüssigkeit im Kolben, wodurch sie sich noch einmal gelb färbt, bringt sie zum Kochen und lässt sie eine Zeit lang fortkochen, bis alles Stickoxydgas und Untersalpetersäure verflüchtigt ist. Man behält nun nach dem Erkalten eine farb-