

**Chemische Analyse der am meisten bekannten Elemente : nach einem neuen Systeme zusammengestellt : für Mediciner, Apotheker, Chemiker und Landwirthe / von K. Wolff.**

**Contributors**

Wolff, K.  
Royal College of Surgeons of England

**Publication/Creation**

Göttingen : In Commission bei Vandenhoeck & Ruprecht, 1872.

**Persistent URL**

<https://wellcomecollection.org/works/vqd93mjd>

**Provider**

Royal College of Surgeons

**License and attribution**

This material has been provided by This material has been provided by The Royal College of Surgeons of England. The original may be consulted at The Royal College of Surgeons of England. where the originals may be consulted. This work has been identified as being free of known restrictions under copyright law, including all related and neighbouring rights and is being made available under the Creative Commons, Public Domain Mark.

You can copy, modify, distribute and perform the work, even for commercial purposes, without asking permission.



Wellcome Collection  
183 Euston Road  
London NW1 2BE UK  
T +44 (0)20 7611 8722  
E [library@wellcomecollection.org](mailto:library@wellcomecollection.org)  
<https://wellcomecollection.org>

211  
14

# Chemische Analyse

der

am meisten bekannten Elemente

nach

einem neuen System zusammengestellt

für Mediciner, Apotheker, Chemiker und Landwirthe

von

**K. Wolff.**



**Göttingen,**

in Commission bei Vandenhoeck & Ruprecht.

1872.

Das Uebersetzungsrecht in fremde Sprachen behält sich der Autor vor.



## Die sechs Gruppen.

Als Gruppenreagentien fungiren HS (V, VI).  $\text{NH}_4\text{S}$  (III, IV).  $2\text{NaOPO}_5\text{HO} + \text{NH}_3$  (II).

I	II	III $\text{NH}_4$	IV S	V H	VI S
Werden durch keines dieser Reagentien gefällt.	Werden nur durch phosphorsaures Natron und $\text{NH}_3$ gefällt.	Werden durch $\text{NH}_4\text{S}$ als Oxydhydrate — aber nicht durch HS aus saurer Lösung gefällt.	Werden durch $\text{NH}_4\text{S}$ als Schwefelmetalle — aber nicht durch HS aus saurer Lösung gefällt.	Werden aus saurer Lösung durch HS als Schwefelmetalle, die in $\text{NH}_4\text{S}$ unlöslich sind, gefällt.	Werden durch HS aus saurer Lösung als Schwefelmetalle gefällt, die in $\text{NH}_4\text{S}$ löslich sind.
Kalium Natrium Ammonium Lithium Cäsium Rubidium	Barium Strontium Calcium Magnesium	Aluminium Berillium Chrom Titan Thorium Yttrium Erbium Terbium Cerium Lanthan Didym Tantal Zirkon Niobium	Nikel Cobalt Mangan Eisen Zink Uran	Quecksilber Silber Blei Wismuth Kupfer Cadmium Rhodium Ruthenium Osmium Palladium	Arsen Antimon Zinn Platin Gold Molybdän Wolfram Vanadin Iridium Selen Tellur

Zum Verständnisse möge dienen: Die Operationen werden ausgeführt, wie es die unter und neben einander geschriebenen Formeln ausdrücken. Z. B. unter H.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Zn. Mn wird in HCl gelöst, dann die Lösung mit  $\text{KOCIO}_5$  oxydirt, dann die Lösung mit  $\text{NaOCO}_2$  fast neutralisirt, erkaltet, dann überschüssiger  $\text{BaOCO}_2$  zugesetzt, damit drei Stunden macerirt. (Cr) Al werden präcipitirt. Das Filtrat von Ba enthält (Zn. Mn Ba) Cl in Lösung. — Der  $\text{BaOCO}_2$  und Al werden in HCl gelöst, mit  $\text{SO}_3$  wird der Ba aus der heissen Lösung ausgefällt, filtrirt. Aus dem Filtrate Al mit  $\text{NH}_4\text{S}$   $\text{NH}_3$  ausgefällt. Auf ähnliche Weise ist die rechts von  $\text{BaOCO}_2$  stehende Operation auszuführen. — Der Uebersicht wegen sind viele Formeln nicht ganz ausgeschrieben.



# Chemische Analyse.

## Vorprüfung, pyrochemische.

- 1) Im Platinohr allein und mit HCl (Glas-Indigoprisma) wird der Körper erhitzt.
- 2) „ „ mit  $2\text{NaOPO}^5\text{HO}$  (phosphs. Natron) } in der Oxydations- u. Reductionen, Farbe
- 3) „ „ „  $\text{NaO}2\text{BoO}^3$  (Borax) } Reductions-Flamme }  $\text{SiO}^3$  unlösl. Skelett
- 4) Auf Holzkohle vor dem Löthrohr (Beschlüge, Metallkorn dehnbar spröde. Geruch. Dämpfe).
- 5) „ „ „ „ „ mit Soda — ( $\text{SO}^3$ -Salze werden zu S-Salzen reducirt; erkennbar: + HCl geben HS. — auf feuchtes Silber gebracht, Schwärzung desselben. — mit Nitroprussidnatrium giebt Purpurfarbe).
- 6) Auf dem Platinblech allein (flüchtige Producte).
- 7) „ „ „ mit Soda und Salpeter (blaugrün, Mangan).
- 8) Im Glasröhrchen, beiderseits offen.
- 9) „ „ einerseits „ mit Soda (Hg . As . Cd).
  - „ Cyankalium (Reduction von Metalloxyden).
  - „ salpeters. oder schwefels. } Dämpfe nach HCy.
  - Ammoniak }
  - „ 2fach schwefels. Kali oder } gefärbte Gase,
  - 2fach chroms. „ } J . Br .  $\text{NO}^3$ .)
  - jedes mit oder ohne  $\text{SO}^3$  }
- 10) „ „ „ „ — (Saure Gase und Feuchtigkeit, beide mit Lackmuspapier zu prüfen — Geruch, Sublimation, brenzl. Producte, Gase welche Verbrennung unterhalten  $\text{CO.O}$ , und nicht,  $\text{CO}^2$ ).
- 11) „ „ „ „ mit conc.  $\text{SO}^3$  (Gase, welche das Glas ätzen — ein befeuchteter Glasstab in die Dämpfe gebracht, überzieht sich mit Gallerte, Fluorsilicium. — Der Rückstand giebt an Alcohol Lösliches ab.  $\text{BoO}^3$ ).
- 12) Mit NaOHO erwärmt — (Ammoniak, Geruch — nicht rauchende HCl,  $\text{NO}^5$ , Ac an einem Glasstabe bildet über die Flüssigkeit gehalten Nebel. — Ein mit neutraler salpeters. Quecksilberoxydul- oder Kupfervitriollösung befeuchtetes Papier od. Porzellan wird vom Ammoniakgase geschwärzt od. gebläut.)

## Vorprüfung, wässriger Auszug.

Prüfung auf die Säuren

$\text{HCl} . \text{SO}^3 . \text{NO}^5 . \text{Ox} . \text{PO}^5 . \text{BoO}^3 . \text{ClO}^5$  } siehe **P. I. 2.**  
auf J . Br . Cl . Cy — z. B. Ka (J.Br.Cl.Cy) }



## Eigentliche Analyse.

Man untersuche jedes für sich:

1. Den wässrigen mit einer passenden Säure angesäuerten Auszug a; er wird etwas erwärmt (bei As bis 70°) mit HS gesättigt, filtrirt. Der Niederschlag nach L behandelt (V, VI) \*. Das Filtrat mit  $\text{NH}^3$  nt. \*\* mit übersch.  $\text{NH}^4\text{S}$  versetzt; der entstehende Niederschlag III, IV nach J.K. ( $\text{K}^1$ ) behandelt.
2. Der Rückstand des HO-Auszuges a in einer passenden Säure m gelöst, wird denselben eben genannten Reactionen unterworfen V, VI, III, IV. Bleibt beim Auflösen in der Säure m ein Rückstand, so wird er nach B. u. C. untersucht auf Ba.Sr, oder er kann Körper enthalten wie  $\text{PbOSO}_3$ ,  $\text{AgCl}$  etc., oder kiesel-saure etc. Verbindungen. Für diese Rückstände sind besondere Verfahren einzuhalten.

NB. Die Filtrate der  $\text{NH}^4\text{S}$ -Niederschläge aus 1 und 2 sind aufzubewahren; sie enthalten Säuren der Körper und I, II. Man vereinfacht die Analyse, wenn man nicht 1 und 2 einzeln behandelt, sondern das ganze Object gleich in Säure löst und dann weiter operirt, wo dann im  $\text{NH}^4\text{S}$ -Filtrate die Körper aus I, unter Umständen auch aus II enthalten sind.

## Trennung der Körper und Gruppen von einander.

**A.**

### Trennung von

	<u>Ka . Na . Ammon . Li</u>
Ammon	— <u>          </u> — geglüht
verdampft	
	Aq wenig gel.
Ka p.	— $\text{PtCl}_2$ übersch. + Alcohol.
	Na . Li . $\text{PtCl}_2$ , in Lösung
	Pt iso. — $\text{NH}^4\text{Cl}$ übersch.
	Na . Li . $\text{NH}^4\text{Cl}$ in Lösung
	Na . Li iso. — <u>          </u> — gegl.

**B.**

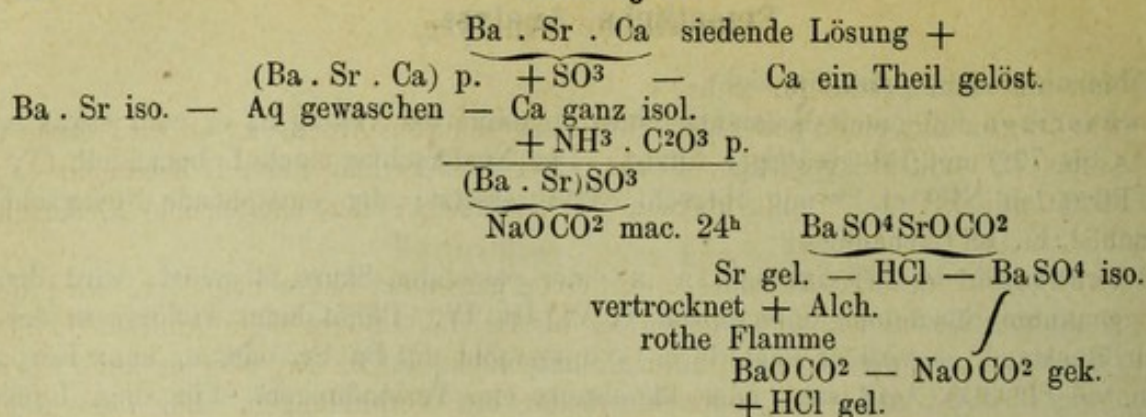
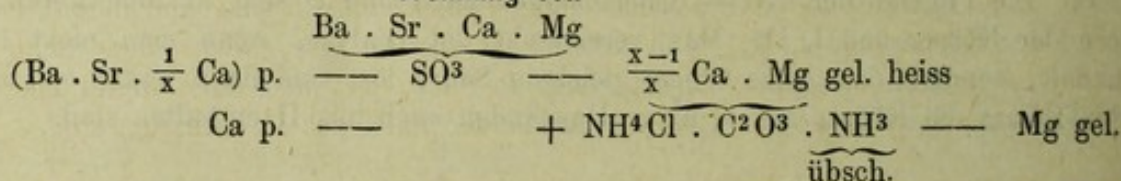
### Trennung von

Ba . Sr  
in HCl-Verbindungen zu bringen.  
vertrocknet.  
Ba iso. — Alcohol dig. — Sr gel. + Alcohol. (grüne Flamme).

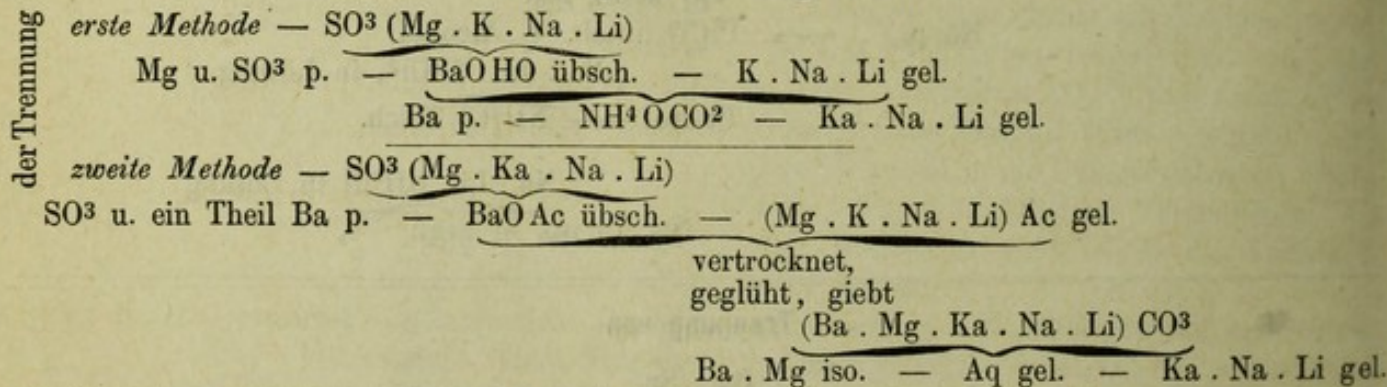
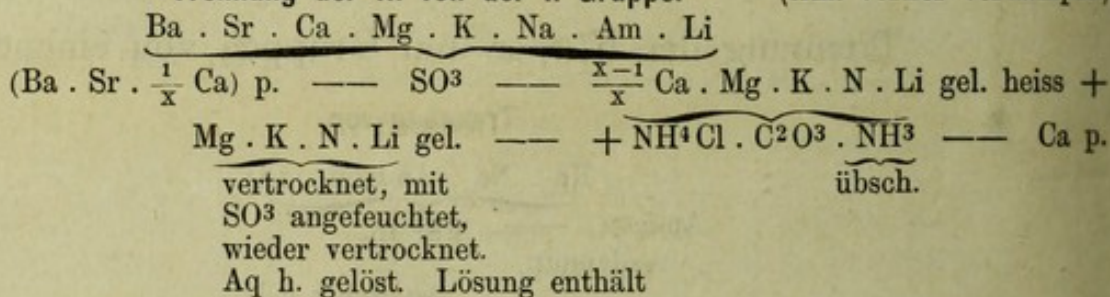
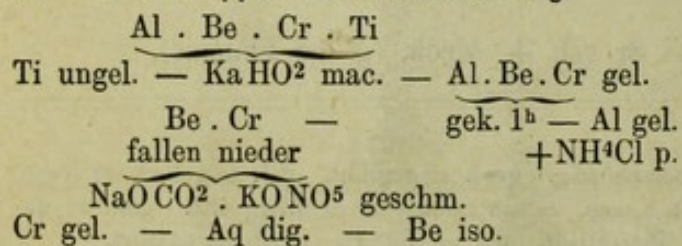
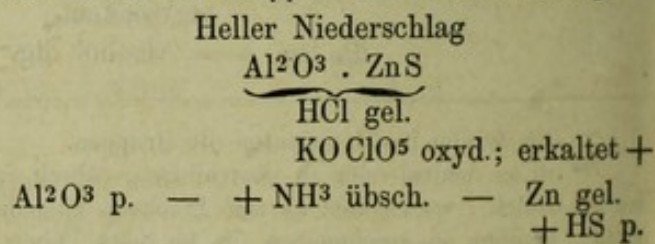
\* Die Zahlen I—VI bedeuten die Gruppen.

\*\* nt. = neutral oder zu neutralisiren. übersch. = überschüssig. gegl. = geglüht. gel. = gelöst, zu lösen.  
iso. = isolirt. vertrocknet = zur Trockene eingedampft. mac. = macerirt. p. = präcipitirt. gek. = gekocht. geschm. = geschmolzen. h. = heiss. übers. = übersättigt. filt. = filtrirt. oxyd. = oxydirt.

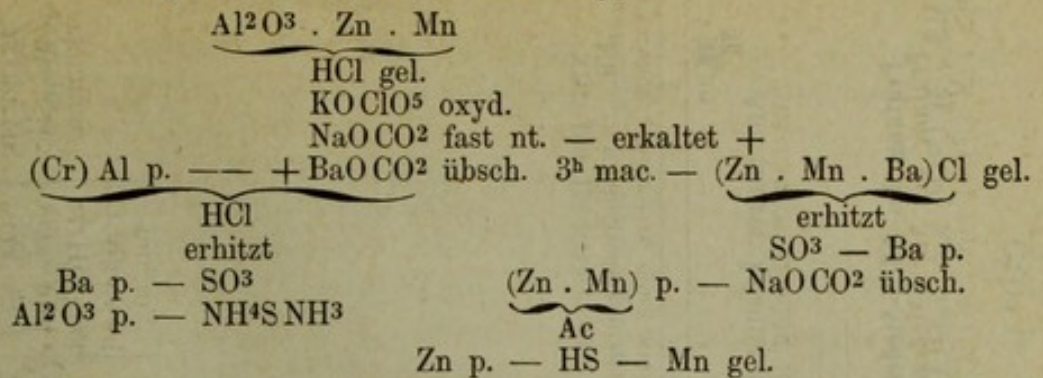


**C.****Trennung von****D.****Trennung von****E.****Trennung der II. von der I. Gruppe.**

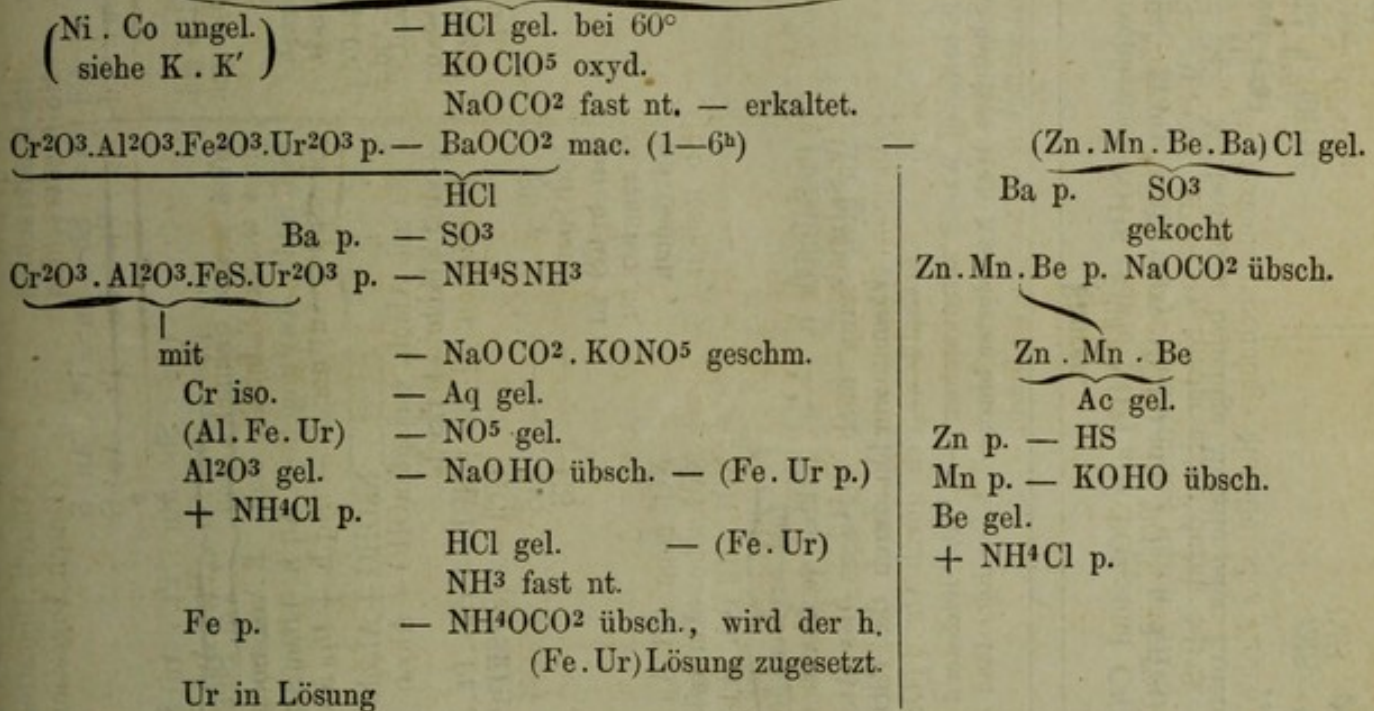
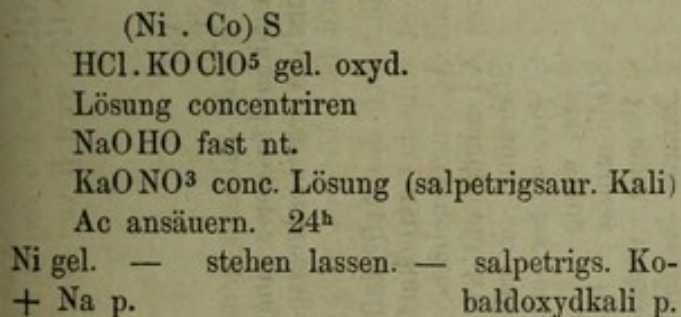
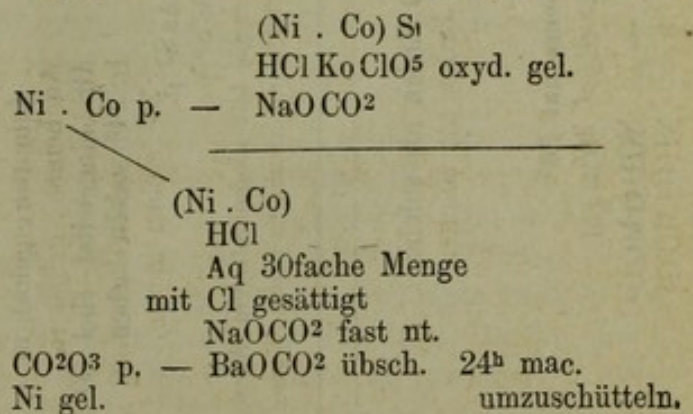
(Am. vorher verdampft.)

**F. III. Gruppe.  $\text{NH}^4\text{S}$ -Niederschlag.****G. III. u. IV. Gruppe.  $\text{NH}^4\text{S}$ -Niederschlag.**



**H.****Trennung von — (NH<sup>4</sup>S-Niederschlag.)****J.****III. u. IV. Gruppe.****NH<sup>4</sup>S-Niederschlag.**

Ni . CO . Cr . Al . Fe . Ur . Zn . Mn . Be

**K.****Trennung von****Stromeyer.****K'.****Rose.**



# **L. V. u. VI. Gruppe, HS-Niederschlag.**

(Durch Digestion mit  $\text{NH}_4\text{S}$  wird b von a abgelöst.)

(Hg . Ag . Pb . Bi . Cu . Cd | As . Sb . Sn . Pt . Au) S

a		b	
HgS iso. ungel.	— $\text{NO}_5$ (Ag.Pb.Bi.Cu.Cd) S gel.	(As . Sb . Sn . Pt . Au) S. — 1 Vol.	
$\text{NO}_5 3\text{HCl}$ gel.	Pb p. — $\text{SO}_3$	muss weisse Schmelze sein. 2 Vol. Soda 6 Vol. Natron-Salpeter gemischt in einem glüh. Tiegel in Portionen eingetragen.	
vertrocknet	Ag p. — $\text{HCl}$	(Sb . Sn Pt . Au) ungel. — Ag h. + $\frac{1}{10}$ Alcohol wird die heisse Schmelze gel.*; es	
$\text{HCl}$ . aq gel.	Bi p. — $\text{NH}_3$ übersch.		
das Hg durch KJ . $\text{ZnCl}$ . HS zu erkennen.	$\text{NO}_5$ gel. und vertrocknet + $\text{HCl}$ . aq milchig	NaOH + Alcohol gek.	löst sich das $\text{AsO}_5\text{NaO}$ vertrocknet, mit Ag angefeuchtet, erhitzt mit wenig $\text{SO}_3$ conc. bis rothe Dämpfe, wieder vertrocknet, mit wenig $\text{SO}_3$ erhitzt, bis rothe Dämpfe verschwinden. Erhitzt bis Nebel von dampfförmiger $\text{SO}_3$ erscheinen, gelöst in Ag heiss. HS eingeleitet (bei $60^\circ$ ), $24^h$ stehen lassen.

8

NB. Der HS-Niederschlag ist mit HS-haltigem Wasser auszuwaschen. — \* Der Rückstand der Schmelze mit alkoholhaltigem Wasser auszuwaschen. Schmelze muss weiss sein, anders füge noch Na-Salpeter hinzu.

## **M.**

## **Säuren.**

Aus saurer Lösung fällt überschüssiges  $\text{NH}_4\text{S}$  (sowie  $\text{NH}_3$ ) alle  $\text{PO}_5$ - und  $\text{C}_2\text{O}_3$ -saure Erden als solche.  
(MS .  $\text{M}'\text{PO}_5$  .  $\text{M}''\text{C}_2\text{O}_3$ )-Niederschlag durch  $\text{NH}_4\text{S}$ .

(M .  $\text{M}'$  .  $\text{M}''$  bedeuten beliebige Metalle oder Erden).

## **Prüfung des $\text{NH}_4\text{S}$ -Niederschlags auf $\text{C}_2\text{O}_3$**

(MS .  $\text{M}'\text{C}_2\text{O}_3$ ) mit  $\text{NaOCO}_2$  gekocht h. filtrirt.

Ac nt.

$\text{C}_2\text{O}_3$  p. —  $\text{CaCl}$

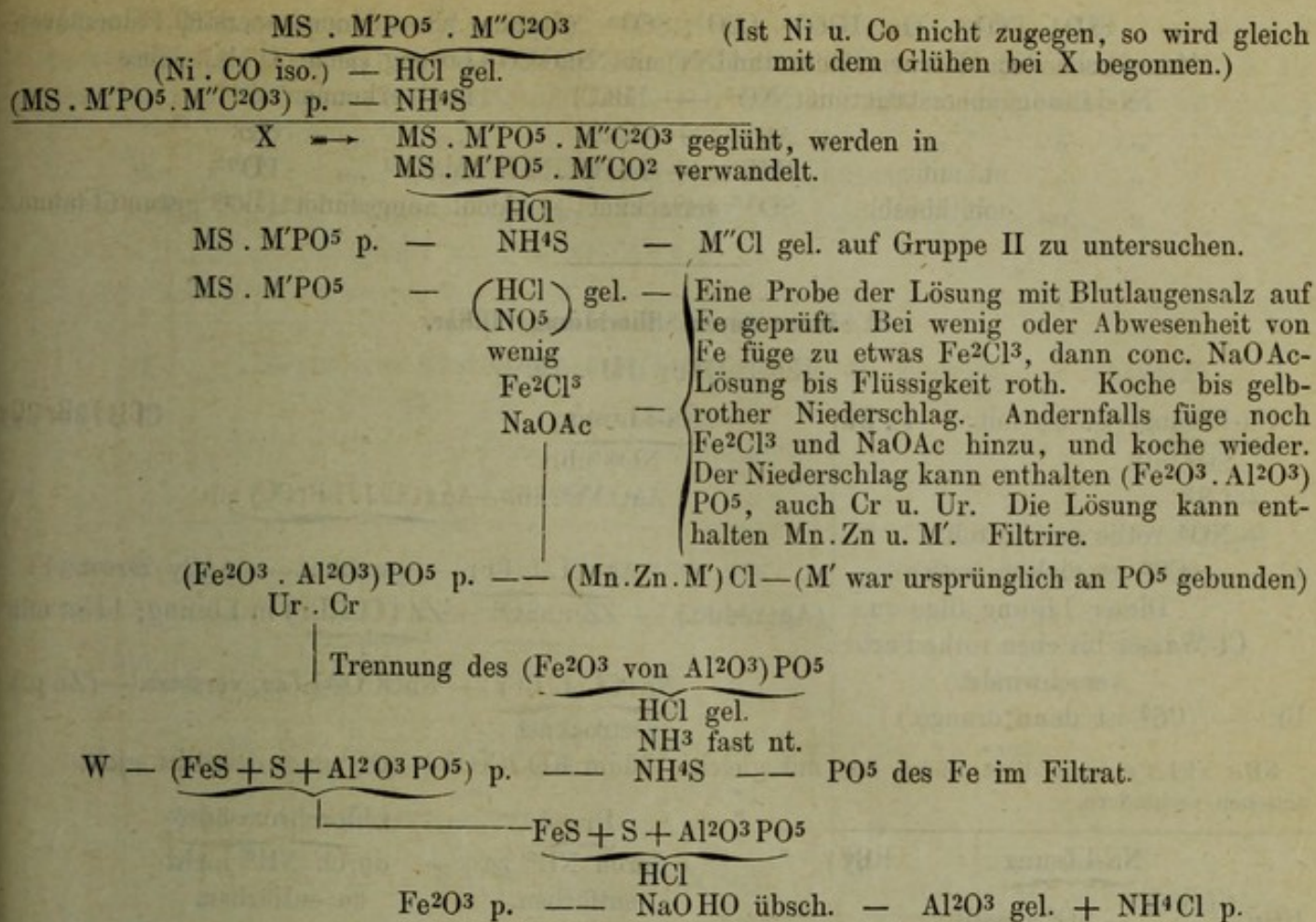
## **..... ebenso auf $\text{PO}_5$**

(MS .  $\text{M}'\text{PO}_5$ ) —  $\text{NO}_5$  gel.

$\text{PO}_5$  iso. —  $\text{NH}_4\text{OMO}_3$



## N.

NH<sup>4</sup>S-Niederschlag.

NB. Sollte in W noch Cr und Ur sein so wird ein Theil dieses NH<sup>4</sup>S-Niederschlages mit NH<sup>4</sup>OCO<sup>2</sup> digerirt. Ur geht in Lösung. Ein anderer Theil mit Salpeter und Soda geschmolzen giebt KaO CrO<sup>3</sup>.

## O.

## Untersuchung auf Säuren allein.

Man sehe zu, was sich von dem Untersuchungsobject in Wasser löst. Den Rückstand N koche man mit Sodalösung.

- a' Der wässrige Auszug angesäuert wird mit HS, dann NH<sup>4</sup>S behandelt. Die Basen aus III, IV, V, VI fallen nieder. Die Säuren, jedoch nicht alle, hat man in Lösung und kann sie nachweisen im NH<sup>4</sup>S-Filtrate.
- b' Der Rückstand N des wässrigen Auszuges wird mit Soda gekocht respective geschmolzen (Schwerspath-Silicate). Hierdurch gehen alle Säuren (ausgenommen PO<sup>5</sup>, wenn sie an alkalische Erden oder Erden gebunden ist) an das Na in Lösung; die Basen III—V fallen nieder durch Zersetzung. Sind Körper aus VI zugegen, so fallen verschiedene Basen derselben nicht durch Zersetzung, sondern werden sammt ihren Säuren vom NaOCO<sup>2</sup> in Lösung gehalten. Man muss daher stets die Na-Lösung mit SO<sup>3</sup> versetzen und die Basen aus VI durch HS ausfällen, (vorher aber ist auf die Säure SO<sup>3</sup> selbst zu prüfen), wo dann alle Säuren in Lösung sind.







**R. NO<sup>5</sup> (schon auf der Kohle zu erkennen).**

Die (wässrige) oder Na-Lösung mit SO<sup>3</sup> nt. + FeOSO<sup>3</sup> (viel) versetzt; vorsichtig SO<sup>3</sup> conc. zugesetzt, giebt an der Berührungsfläche beider Flüssigkeiten eine braune Zone. (NB. Br. J verhindern diese Reaction. [Cl] Br und J deshalb vorher durch übersch. Ag<sup>2</sup>Ac zu entfernen.)

**S. ClO<sup>5</sup> in wässriger oder Na-Lösung.**

Br. J. Cl ist vorher durch übersch. AgO<sub>h</sub> zu entfernen. Die ClO<sup>5</sup>-Salz + dem übersch. Ag<sup>2</sup>Ac schwach gegläht geben AgCl in NH<sup>3</sup> löslich.

NB. Bei Untersuchung auf organ. Säuren sind die unorganischen vorher durch Glühen des Objects zu entfernen.

**T. Organische Säuren (schon beim Erhitzen in der Vorprüfung zu erkennen).**

FO . Ac flüssige  
Benz. Succ. sublimirbar.  
T . Ci

**U. Trennung von (Abwesenheit unorgan. Säuren).**

(Fo . Ac . Benz. Succ. Ti . Ci) - Na-Lösung fast vertrocknet.

Destillat (Fo . Ac) — + SO<sup>3</sup> destill.  
(siehe W)

aus dem Retortenrückstand ist Benz. auf dem Filter zu sammeln.

NaO (SO<sup>3</sup> . Succ. T . Ci) Filtrat.

NH<sup>3</sup> genau nt.

Succ. p. — Fe<sup>2</sup>Cl<sup>3</sup> übersch. — Na(SO<sup>3</sup> . T . Ci) und Fe<sup>2</sup>Cl<sup>3</sup> in Lösung.

Na(SO<sup>3</sup> . T . Ci) — NH<sup>4</sup>S — Fe p.

PbO(SO<sup>3</sup> . T . Ci) p. — + PbOAc

PbOSO<sup>3</sup> iso. — NH<sup>3</sup> dig. — Pb(T . Ci) in Lösung.

Pb p. — HS — NH<sup>4</sup>O(T . Ci) gel. +

NaO(T . Ci) iso. — + NaO<sup>2</sup>HO vorsichtig eingedampft.  
(siehe V).

**V. Trennung der T. Ci**

NaO(Ti . Ci)

+ Ac schwach angesäuert  
+ CaOHO aq. übersch.

2CaO T p. — 2<sup>h</sup> stehen lassen.

Das Filtrat beim Sieden lässt  
fast allen

CaO Ci fallen.

**W. Trennung der FoAc**

FO . Ac erwärmt mit

AgONO<sup>5</sup> übersch. auf 90°

dann noch etwas AgONO<sup>5</sup> zugethan,  
man lässt jetzt NH<sup>3</sup> langsam zufließen.

Die Fo reducirt das AgONO<sup>5</sup> und erzeugt dadurch Schwärzung. Die Ac bleibt unzersetzt und kann im Filtrate mit SO<sup>3</sup> und Alcohol als Essigäther nachgewiesen werden.



# X. Nachweisung der organischen Säuren bei Gegenwart von unorganischen.

Destillat =  $\text{Ac} \cdot \text{Fo} \cdot \text{NO}^5 \cdot \text{HCl}$   $\xrightarrow[\text{NH}^3 \text{ nt.}]{\text{Na-Lösung (siehe O. b') vertrocknet.}}$   $\text{SO}^3$  destill. — Retortenrückstand (siehe U.).  
 +  $\text{AgONO}^5$  etwas erwärmt (Der durch  $\text{Fe}^2\text{Cl}^3$  bewirkte Niederschlag Succ. u.  $\text{PO}^5$  mit  $\text{NH}^3$  ausgezogen giebt Succ. in Lösung).  
 Filtrat ( $\text{Ac} \cdot \text{NO}^5$ ) — +  $\text{NH}^3$  geringe Menge — ( $\text{Fo} \cdot (\text{HCl})$   $\xrightarrow[\text{AgONO}^5]{\text{geschwärzt}}$  p.  
 + Indigosolution dig. bis  $\text{NO}^5$  zersetzt ist, also blaue Farbe bleibt, dann  
 mit einigen Tropfen  $\text{NaOCO}^2$ -Lösung vertrocknet.  
 giebt mit  $\text{SO}^3$  u. Alcoh. Essigäther.

## NB. $\text{BoO}^3$ in 1) unlöslicher oder 2) löslicher Verbindung.

- 1) Die fein gepulverte Substanz mit fast conc.  $\text{SO}^3$  erwärmt, mit Alcohol übergossen, angezündet, umgerührt giebt grüne Flamme.
- 2) In löslicher Form färbt  $\text{BoO}^3$  Curcumapapier nach dem Trocknen braun.

Wenn bei den Säuren  $\text{SO}^3 \cdot \text{HCl} \cdot \text{NO}^5$  nichts bei steht, so sind stets die verdünnten Säuren anzuwenden.

## $\text{SiO}^3$ .

Es giebt zwei Classen von Silicaten: 1) solche, bei denen durch conc.  $\text{HCl}$  oder  $\text{SO}^3$  die  $\text{SiO}^3$  gallertartig abgeschieden wird. Man vertrocknet im Wasserbade die saure Lösung sammt der  $\text{SiO}^3$ , feuchtet den Rückstand mit conc.  $\text{HCl}$  an, erwärmt nach halbstündigem Stehen mit Aq und filtrirt die ausgeschiedene  $\text{SiO}^3$  ab;

2) solche, die durch Digestion mit Säuren, unvollständig oder gar nicht zersetzt werden. Man schmilzt sie mit dem 4fachen Volum  $\text{NaOCO}^2$  und behandelt nach 1.

Zu empfehlen ist: „Dr. H. Will, Anleitung zur chemischen Analyse“.