G. Grote

Mortgage of Forbatteren

S. Groth

VEJLEDNING

I

DE UORGANISKE STOFFERS

QVANTITATIVE ANALYSE.

AF

S. M. JØRGENSEN,
Dr. phil.

KJØBENHAVN.
FORLAGT AF G. E. C. GAD.
THIELES BOGTRYKKERI.
1869.

Pholele

54

Forord.

Dette lille Arbejde har sin naturlige Berettigelse i, at de Studerende ved Forelæsningerne umuligt kunne fastholde den Mængde ofte minutieuse Details, som denne Del af den praktiske Chemi dog nødvendig kræver Kundskab om, medens det paa den anden Side er dem ligesaa umuligt at finde sig til Rette i de større, i et fremmed Sprog affattede Haandbøger, Laboratoriet stiller til deres Raadighed. Bogen er vel nærmest bestemt for den polytechniske Læreanstalts Elever, men jeg har dog troet, at ogsaa andre Studerende som Eleverne ved Landbohøjskolen, Farmaceuter og Medicinere ville kunne benytte den, saa meget mere som man ikke paa Dansk har nogen anden Vejledning i qvantitativ Analyse. Af Hensyn til Farmaceuterne har jeg derfor efter Samraad med Hr. Fabrikant Tvede medtaget de vigtigste af de qvantitative Bestemmelser, den nye Pharmacopoe fordrer; for Medicinerne har jeg efter Samraad med Hr. Dr. med. O. Storch behandlet de vigtigste Puncter i Urinanalysen. Det Afsnit, der omhandler den techniske Analyse af Sølv- og Guldlegeringer, skylder jeg Hr. Guardein S. Groth. Disse Herrer ligesom Hr. Cand. Drewsen, der velvillig har ydet mig sin sagkyndige Hjælp ved Correcturen, bringer jeg herved min forbindtligste Tak.

I November 1869.

S. M. Jørgensen.

Indhold.

Indledning

og

almindelige Regler.

Den qvantitative Analyse gaaer ud paa at bestemme, hvor meget af hvert Stof eller hver nærmere Bestanddel, der findes i en Forbindelse eller Blanding. Den udføres ved at bringe de enkelte Bestanddele til at indgaae constante Forbindelser, som ere lette at isolere, og hvis Sammensætning er fuldstændig bekjendt. Meget hyppigt bestemmes Stofferne derfor under de Former, hvori de findes i Naturen.

Den almindelige Methode bestaaer i at afveje en vis Mængde af det Legeme, der skal undersøges, og bringe hver af Bestanddelene til at indgaae en særskilt Forbindelse, der vejes. Heraf beregnes Sammensætningen, i Reglen i Procent. Et Exempel vil oplyse dette bedre end mange Ord. For at finde Sammensætningen af et Salt som svovls. Magnesia-Kali ($SO_3MgO + SO_3KO + 6HO$), afvejes a Vægtdele deraf; Svovlsyren vejes som svovls. Baryt, Magnesia som pyrofosfors. Magnesia, Kali som svovls. Kali; Vandet findes ved at bestemme det Vægttab, Stoffet lider ved Glødning. Lad de a Vægtdele af Saltet give b Vægtdele svovls. Baryt, c pyrofosfors. Magnesia, d svovls. Kali og e Vand, saa har man:

$SO_3BaO : SO_3 = b : y_1$ eller $y_1 = \frac{b \cdot SO_3}{SO_3BaO}$ og $a : y^1 = 100 : x_1$

$PO_5 2MgO : 2MgO = c : y_2$ ell. $y_2 = \frac{c \cdot 2MgO}{PO_5 2MgO}$ og $a : y_2 = 100 : x_2$

$SO_3KO : KO = d : y_3$ eller $y_3 = \frac{d \cdot KO}{SO_3KO}$ og $a : y_3 = 100 : x_3$

For Vandet har man ligefrem: $a : e = 100 : x_4$.

x_1, x_2, x_3, x_4 ere da de Procent af Bestanddelene, denne Forbindelse indeholder, og som Control har man $x_1 + x_2 + x_3 + x_4 = 100$.

Før man afvejer det Stof, der skal undersøges, maa dette imidlertid i Reglen bringes i en saa fintdelt Tilstand som muligt og til en bestemt Tørhedsgrad, hvortil man kan være vis paa atter at bringe det.

I. Findeling

er i Almindelighed en Pulverisering. Det gjælder her om at vælge Morterens Haardhed betydeligt større end Stoffets (Glas, Porcellain, Achat, Staal). Man støder kun for at faae et grovt Pulver, man river for at faae et fint og i dette Tilfælde kun Lidt ad Gangen.

Ved Silicater er en simpel Pulverisering dog ikke tilstrækkelig. Det fineste Pulver, man kan opnaae paa denne Maade, maa endnu rives med Vand, til man hverken kan føle eller høre faste Korn, men det Hele danner en halv flydende Masse. Denne bringes derpaa i et højt Glas med Vand. Man rører godt om, og efter en Minuts Henstand frahældes den opslemmede Del. Hvad der har sat sig bestaaer af de groveste Dele og maa derfor rives paa ny. De i Vædsken svævende Dele sætte sig derimod først efter flere Timer. Man hælder Vandet fra eller trækker det af med en Hævert og tørrer Bundfaldet.

Legeringer kunne ofte pulveriseres, men mange maae files. Undertiden ere de dog ogsaa for bløde til denne Behandling; i saa Fald udvalses de til meget tynde Plader. Disse klippes da i mindre Dele.

2. Tørring.

Før man tørrer Stoffet, maa man ved foreløbige Forsøg skaffe sig at vide, om det indeholder Vand eller ej; indeholder det Vand, maa man vide, om det taber Vand ved alm. Temperatur enten ved Luftens sædvanlige Fugtighedstilstand eller først i konstig tørret Luft. Taber det ikke Vand ved alm. Temp., maa man vide, om det taaler Opvarmning til 100° uden Forandring eller ikke, eller om det maaskee endog kan taale Glødhede uden at sønderdeles. Stoffet kan endelig være vandtiltrækkende, og i saa Fald maa der ved Tørringen atter gaaes frem paa en egen Maade.

Taber Stoffet Vand ved alm. Temperatur, maa man nøjes med at pulverisere det og presse Pulveret gjentagne Gange mellem flerdobbelte Lag Filtrerpapir, indtil dette selv ved stærkt Tryk aldeles ikke befugtes mere.

Taber det ikke Vand i tør Luft, men vel ved 100° tørres det i Uhrglas eller Digler eller Smaaskaale over concentreret Svovlsyre eller Chlorcalcium i en Klokke, hvis Rand er sleben og indgneden med Svinefedt, og som staaer paa en sleben Glasplade. Hensigtsmæssigst er det at have sit eget Tørreapparat (Exsiccator). Et saadant kan man let danne sig af et vidt Ølglas, hvis Rand man sliber, indgnider med Fedt og bedækker med en sleben Glasplade. I Glasset stilles en Jerntrefod, og Bunden bedækkes med Chlorcalcium. — Iltes Stoffet, eller forandres det paa anden Maade ved Luftens Indvirkning, tørres det i det luft-tomme Rum over Chlorcalcium.

Kan Legemet taale en Temperatur af 100° uden Forandring, tørres det i Damptørrekassen eller Lufttørrekassen, hvis Temperatur da maa kunne holdes constant, uafhængig af det varierende Gastryk. Denne Methode anvendes ligeledes, naar Legemet skal udsættes for en constant Temp., højere end 100°. Kan Legemet taale Glødhede, glødes det i en Porcellains- eller Platindigel.

I alle Tilfælde fortsættes Tørringen, til Legemet ikke mere taber i Vægt, og ved alle Tørringer, hvortil anvendes Varme, er det en fast Regel, at Diglen osv. med Stoffet maa være fuldstændig afkølet i Exsiccatoren, før den vejes.

Om hygroskopiske Stoffer se Vejning.

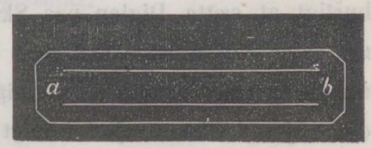
3. Vejning.

Vægtstangsarmene ere sjelden lige lange. Dette har dog i Reglen ingen Betydning, naar man kun altid vejer paa samme Skaal. Det er nemlig i Almindelighed kun Differenser eller Forhold, der vejes. I Reglen bruger man Gramvægten; men i Reglen er det ogsaa tilstrækkeligt, at Lodderne stemme indbyrdes, saa at 1 Gram $= 0.^{Gm}5 + 0.^{Gm}2 + 3\,0.^{Gm}1$, $0.^{Gm}5 = 0.^{Gm}2 + 3\,0.^{Gm}1$ osv.; om Gramloddet virkelig vejer nøjagtig et Gram er ligegyldigt, saalænge det kun er Differenser eller Forhold, der vejes. Men kommer det an paa den absolute Vægt, maa man naturligvis baade have nøjagtige Lodder, og her bliver Vægtstangsarmenes ulige Længde af Betydning. Man kan dog veje rigtig paa en Vægt med ulige Arme. Man kan f. Ex. bruge Dobbeltvejning. Skal man veje et givet Legeme f. Ex. en Digel med dens Indhold, stiller man den paa den ene Skaal og bringer Ligevægt tilveje. Derpaa tager man Diglen af og æqvivalerer dens Vægt med Vægtlodder. Disse angive da Diglens sande Vægt. Skal man afveje en bestemt

Mængde af et Stof, sætter man den tomme Digel tilligemed de Vægtlodder, der angive den Vægt, der skal afvejes, paa den ene Skaal og bringer Ligevægt tilveje. Derpaa tager man Vægtlodderne af og bringer Ligevægt tilveje ved at bringe mere og mere af det Stof, der skal afvejes, i Diglen. For Hurtigheds Skyld kan man ogsaa anvende følgende Fremgangsmaade, der ligeledes giver den sande Vægt. Ved man, at en Digel med sit Indhold ikke vejer over 10 Gm, sætter man et 10 Gm Lod paa den ene Skaal og bringer Ligevægt tilveje. Derpaa tager man 10 Gm Loddet af, sætter Diglen istedet, og ved at lægge Lodder til ved Siden af Diglen bringes Ligevægt tilveje. Subtraheres nu disse Lodder fra 10 Gm, har man Diglens sande Vægt.

Man vejer i Alm. paa Uhrglas, og det er da meget bekvemt at kjende disses Vægt. I en Times Tid kan man afveje sig en halv Snes Uhrglas og indædse deres Vægt med Flussyredampe. Man maa vel veje Uhrglasset, hvergang det skal benyttes, men dette gaaer meget hurtigt, da man kjender dets Vægt paa 1—2 Mg. nær.

Da de Stoffer, der skulle afvejes til en Analyse, i Alm. ere pulverformede og tørrede paa en eller anden Maade, ere de næsten altid mere eller mindre hygroskopiske. Derfor vejes bedst mellem to Uhrglas, der passe godt sammen og sammenholdes med et Stykke tyndt Messingblik af hosstaaende Form. ab ere 2 Gjennemskæringer, den mellemliggende Strimmel sammenklemmer Uhrglassene som en Rem. — Ere Stofferne meget hygroskopiske, vejes de paa en egen Maade. Man bringer en Del af Substansen i et tørt, i den ene Ende tilsmæltet Glasrør, som lukkes med en Prop. Det Hele vejes. Derpaa hældes



saa meget, som anses passende til en Analyse, ud paa et (ikke vejet) Uhrglas, og Glasrøret vejes igjen med sit resterende Indhold. Samme Fremgangsmaade bruges, naar man vil tage flere Portioner i Arbejde samtidig: man slipper herved med n + 1 Vejninger istedetfor 2n. En lignende Methode anvendes, naar Analysen strax skal behandles paa den tørre Vej, saa at man ikke ved Sprøjteflasken kan faae de Smaadele med, som hænge ved Glasset. Man lader da blive hængende, hvad der vil, og vejer Glasset med Resten igjen. Da det tomme Uhrglas her ikke behøver at vejes, slipper man ogsaa her med 2 Vejninger.

Digler og da navnlig Platindigler fortætte Fugtighed paa deres Overflade. Naar man nu vejer en Digel, bringer et Bundfald deri, gløder det Hele, lader det afkøles i Exsiccatoren og vejer paa ny, saa giver Differensen ikke Bundfaldets Vægt; man faaer for lidt: det er jo i første Tilfælde en med en Fugtighedshinde overtrukken, i sidste en tør Digel man vejer. Derfor maa den tomme Digel, før den vejes, glødes og afkøles i Exsiccatoren. Platindigler tiltage endog i Vægt, medens man vejer dem. For da at faae et nøjagtigt Resultat, maa man paa den angivne Maade bestemme Bundfaldets Vægt, lade Lodderne blive liggende paa Skaalen, gløde Digel og Bundfald paa ny og lade det Hele afkøles i Exsiccatoren. Man vil da ved hurtigt at sætte Diglen paa Skaalen hyppigt finde, at den nu vejer lidt mindre end før. En tilsvarende Fremgangsmaade er uundgaaelig nødvendig, naar det er tørrede Filtre, der vejes. Disse vejes iøvrigt altid i Digler, bedækkede med Laag eller med Uhrglas.

Den Mængde Stof, der anvendes til en Analyse, er i Alm. 1 Gm. I mange Tilfælde kan man nøjes med langt mindre; kun sjeldent behøves mere. Derimod er det ikke

hensigtsmæssigt at afveje nøjagtig 1 Gram; det er for det Første tidsspildende, og man nødes til at udsætte Stoffet i en utilbørlig Grad for Luftens Fugtighed. Skal det ikke volde altfor stor Ulejlighed, maa man desuden anbringe Lodderne paa venstre Skaal, medens man ellers altid har dem paa højre. Vægtstangsarmenes mulige Ulighed faaer da Betydning. Og den eneste Fordel, man opnaaer, er at spare en Division.

Det er ikke ligegyldigt, i hvad Orden man lægger Lodderne paa Skaalen, naar man skal veje en Gjenstand. Da Vægten skal bringes i Ro, før hvert nyt Lod lægges paa, sparer man megen Tid ved altid at prøve først med de største Vægtlodder. (En Digel vejer f. Ex. 7.^{Gm} 348; den Orden, hvori Lodderne bør prøves, er da denne: (10), 5, 2, (1), (0,5), 0,2, 0,1, (0,1), (0,05), 0,02, 0,01, 0,01, 0,005, 0,002, 0,001).

Man vejer sikkrere, hurtigere og altsaa nøjagtigere ved, naar Svingningerne blive langsomme, ikke at vente, til de ere ophørte, men kun, til Udslaget er lige stort til begge Sider.

For at sikkre sig mod at notere en fejl Vægt, aflæser man først de i Vægtkassen manglende Lodder og sammenligner dernæst den opskrevne Vægt med den, der ligger paa Skaalen.

4. Opløsning.

Den afvejede Mængde af Analysen skal i Reglen opløses eller sønderdeles ad den tørre Vej. I første Tilfælde sprøjtes Uhrglasset rent med Sprøjteflasken; hvis man til Opløsningen anvender en Kogeflaske eller Kolbe, er det bedst at sætte en Tragt deri og senere rense denne med Sprøjteflasken.

Til Omrøring anvendes helst Glasstænger, dannede af tynde Glasrør.

Skal der anvendes Varme, bør Vædsken vel holdes nær Kogepunctet, men saavidt muligt ikke koge. Er Kogning nødvendig, holdes Flasken eller Glasset bedækket med mindre eller større Uhrglas, hvis convexe Side vender nedad. Er Opløsningen ledsaget af en Luftudvikling, bør den altid foretages i en Kogeflaske, der stilles under en Vinkel af 45°.

For at bringe en Vædske fra et Kar over i et andet, hældes den langs en befugtet Glasstang, saaledes at Karrets Rand og Stangen danne omtrent en ret Vinkel. Den udvendige Rand af det Kar, hvoraf man hælder, bestryges med et yderst tyndt Lag Tælle, for at ingen Draabe skal løbe ned ad Ydersiden.

5. Sønderdeling ad den tørre Vej

skeer hyppigst ved Smæltning med tørt kuls. Natron. Hvad der kan være at iagttage ved andre Methoder vil findes omtalt i den specielle Del.

Man bringer omtrent Halvdelen af det kuls. Natron i en Achatmorter og udbreder det deri; derpaa bringes saameget af Substansen som frivillig forlader Uhrglasset[1]) i Morteren, ovenpaa lægges $\frac{1}{4}$ af det kuls. Natron, saa at Substansen ganske dækkes deraf, og nu blandes det Hele saa omhyggeligt som muligt, idet man sørger for, at Intet røres op over Morterens Rand. For dette Tilfældes Skyld stilles Morteren dog paa et Stykke sort Glandspapir uden nogen Fold. Efter Blandingen hældes Massen ud herpaa og bringes i en Platindigel. Den sidste Fjerdedel af det kuls. Natron bringes nu i Morteren, man river godt om med Pistillen og faaer saaledes Alt i Diglen. Laaget lægges paa, og Diglen glødes enten over Skorstenslampen (paa en

---

[1]) Uhrglasset vejes igjen.

Jern- eller Platintrekant[1]), eller naar der fordres stærkere Varme, end en Trebrænder kan give, for Gasblæselampen eller i Vindovnen. I sidste Tilfælde sættes Platindiglen i en hessisk Digel, hvis Bund er bedækket med brændt Magnesia og hvis Laag lægges paa; man fyrer først med Trækul, dernæst med en Blanding af Trækul og Coke.

Men enten man bruger Lampe eller Ovn, er det en fast Regel, at Opvarmningen i Begyndelsen skal være svag, fordi Massen ellers bliver flydende samtidig med Sønderdelingen, og naar der udvikles Kulsyre af den flydende Masse, sprøjter den. Paa Platindiglens Laag maa efter Smæltningen ikke findes Stænk.

For at faae Massen ud af Diglen, sættes denne endnu glødende paa en kold Jernplade. Ved den pludselige Sammentrækning løsnes da i Reglen hele Massen fuldstændig fra Diglen. Har den ikke løsnet sig fuldstændig, klemmer man Diglen med Bunden i Vejret over en Skaal, dog ikke saa stærkt, at der dannes varige Buler, og Kagen løsner sig da let.

Hvorledes Massen videre behandles, afhænger af de specielle Tilfælde.

6. Bundfældning.

Næsten altid udskilles Stofferne af deres Opløsning ved en Dobbeltdecomposition med et Fældningsmiddel. For at Bundfældningen skal være fuldstændig, maa den udskilte Forbindelse være uopløselig i Vædsken, som derfor ofte modificeres (ved Tilsætning af Vinaand, af Ammon osv.), og der maa altid tilsættes et Overskud af Fældningsmidlet. Men

---

[1]) Med Messing eller let reducible Metaller maae Platinapparater ikke komme i Berøring. Plantindiglen tages altid med Jerntænger eller med Jerntænger, forsynede med Platinspidser.

ofte er et stort Overskud skadeligt (Natron i en Kobberopløsning, kuls. Natron i en Zinkopløsning), og Fældningsmidlet tilsættes derfor lidt efter lidt. Naar Bundfaldet har sat sig, hælder man langs en Glasstang nogle faa Draaber af Fældningsmidlet til, for at prøve, om der endnu kommer Bundfald.

Bundfældningen foretages ofte i Varmen og man foretrækker da Vandbad for Sandbad. Ligeledes foretrækkes Bægerglas for Kogeflasker.

Før man filtrerer, maa man lade Bundfaldet sætte sig saa fuldstændigt som muligt. Mange Bundfald have nemlig Tilbøjelighed til at løbe med gjennem Filtret, og da man saa maa filtrere paany, lettes Arbejdet, naar den klare Hovedvædske er samlet for sig.

Den Lethed, hvormed Bundfaldene samle sig, er meget forskjellig.

De pulverformede (som kuls. Baryt, kuls. Kalk o. l.) samle sig i Reglen let og slippe let de opløste Stoffer. Men naar de ere ganske uopløselige (som svovls. Baryt), holde de sig ofte længe svævende i Vædsken. Undertiden sætte de sig slet ikke og gaae igjennem Filtret. Dette hændes dog ikke, naar Vædsken er meget fortyndet, meget concentreret eller sur. Salmiak modvirker denne Tilbøjelighed, Natronsalte fremkalde den. Fældning i en næsten kogende Vædske er meget at anbefale.

De osteagtige Bundfald (som Chlorsølv) samle sig yderst langsomt, naar de overlades til sig selv. Vædsken vedbliver at være uklar og løber mælket gjennem Filtret. Men stærk Omrøring, Tilstedeværelse af fri Salpetersyre og Opvarmning bringe disse Bundfald til at sætte sig meget let.

De krystallinske Bundfald (som fosfors. Magnesia-Ammon, oxals. Kalk, kuls. Magnesia-Ammon) fremkomme

først efterhaanden; Omrøring og længere Henstand paa et varmt Sted fremkalder dog en fuldstændig Fældning. De sætte sig iøvrigt let og ere lette at vaske, men da de ikke ere fuldstændig uopløselige, vasker man med saa lidt Vand som muligt.

De fyldige Bundfald (som Lerjordhydrat, Jerntveiltehydrat) sætte sig vanskeligt, men ogsaa her hjælper svag Opvarmning. De ere imidlertid meget vanskelige at vaske, fordi de med stor Sejghed tilbageholde en Del af Fældningsmidlet.

7. Filtrering.

I Almindelighed er det nødvendigt at udvaske Filtrene. Dette skeer ved at lægge en større Mængde Filtre 24 Timer i meget svag Saltsyre, derpaa i Vand, og skifte dette Vand, saa længe det endnu indeholder Spor af Saltsyre. Askemængden findes en Gang for alle ved at brænde 20 Filtre og dividere Askemængden med 20.

Man mener i Almindelighed, at Filtreringen gaaer hurtigst, naar Tragten er riflet, fordi den filtrerende Flade da er større. Den heldigste Vinkel er 60°. Til den passer et 4-dobbelt sammenfoldet Filtrum. Vinklen bør i alt Fald ikke være større.

Filtret lægges saaledes sammen, at det overalt er lige højt og passer nøjagtig til Tragten. Det maa altid være lidt lavere end Tragten, aldrig højere (Fordampning paa den fremstaaende Rand og vanskelig Udvaskning).

Før Filtreringen befugtes Filtret fuldstændig ved Hjælp af Sprøjteflasken. Dette Vand lader man filtrere af, det maa ikke hældes af, ellers drages let ved en Adhæsionsvirkning noget Bundfald op over Filtret. Er Filtret ikke befugtet iforvejen, suges de i Vædsken svævende Smaadele ind deri og stoppe Porerne.

Naar den første Portion Bundfald er bragt paa Filtret, hældes de følgende langs Siden, ikke ned i Spidsen af Filtret. Ellers kan det hænde, at en Draabe sprøjter langt ud af Tragten, ja tager Bundfald med. Men naar Bundfaldet har afrundet sig paa Filtret, finder dette ikke mere Sted.

Efterat Alt hvad man ved Afskylning med Sprøjteflasken kan fjerne fra Glasset, hvori Fældningen er skeet, er bragt paa Filtret, fjernes de sidste, fastsiddende Rester ved Hjælp af en Fjer, hvorpaa kun Spidsen af Fanen er ladt tilbage. Den maa naturligvis være udvasket og ikke benyttes, saalænge Vædsken endnu indeholder noget Opløst (idetmindste hvis Filtratet skal benyttes videre). Man bør lade Glasset blive tørt for at see, om man ogsaa har faaet Alt med.

Tragten anbringes saaledes, at de gjennemløbende Draaber ikke falde ned i den nedenstaaende Vædske, men løbe langs Siden af Glasset (derfor helst Bægerglas).

Under Filtreringen maa Tragten være bedækket med en Glasplade, det nedenstaaende Glas af en Glasplade med Udsnit [1]).

Bundfaldet bør aldrig fylde Filtret mere end halvt; ellers tager Udvaskningen en uforholdsmæssig Tid, og det bliver vanskeligt at tage Filtret af Tragten uden Tab.

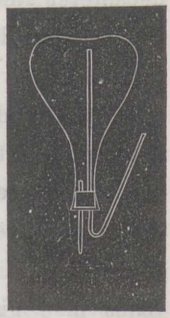
8. Udvaskning.

Saasnart al Vædsken er bragt paa Filtret, og man begynder at sprøjte Vand i det Glas, der indeholder Bundfaldet, er det en fast Regel, at man altid lader Tragten løbe helt af, før ny Vædske bringes paa Filtret. Udvaskningen foregaaer da langt hurtigere, og hvad ofte er vigtigt,

---

[1]) Udskæringen kan gjøres med en Nøglekam.

med den mindst mulige Mængde Vand. Er alt Bundfald bragt paa Filtret, foretages den videre Udvaskning med Sprøjteflasken, eller da denne undertiden virker noget uregelmæssigt, ved Hjælp af hosstaaende Apparat, der altid giver en jævn og uafbrudt Straale og saa svag, som man ønsker den. Bl. a. er den meget at anbefale til Vaskninger med Svovlbrintevand e. lign.



Maa et ikke fuldt udvasket Bundfald blive staaende en eller flere Dage paa Filtret, (hvilket forresten ikke altid lader sig gjøre, se de fleste Svovlbrinte- og Svovlammoniumbundfald), sættes en Prop forneden i Tragten, og Filtret fyldes med Vand.

Udvaskningen fortsættes, til flere Draaber af Bundfaldet ikke efterlade nogen Rest ved Afdampning paa en Glasstrimmel. Undertiden kan en større Mængde af Vaskevandet prøves med passende Midler. Derpaa sprøjtes forsigtigt alt Bundfald ned i Bunden af Filtret.

9. Bundfaldets videre Behandling.

Efter Udvaskningen skal Bundfaldet enten opløses paa ny eller dets Vægt bestemmes. Skal det opløses, tørres det ikke. Undertiden kan man behandle baade Filtrum og Bundfald med Opløsningsmidlet, hyppigst maa dette dog sprøjtes forsigtigt af Filtret, som derfor udbredes paa en firkantet Glasplade. Naar et af dennes Hjørner holdes over en Skaal, og navnlig naar Pladens Rande ere indfedtede, kan saa godt som Alt faaes af med Sprøjteflasken. Derpaa behandles Filtret endnu paa Glaspladen med Opløsningsmidlet. Oftest er det godt at tørre det, brænde det og bestemme dets Askemængde. Naar Bundfaldet ikke hører

til dem, der vanskeligt sætte sig, er det ikke sjeldent hensigtsmæssigt at udvaske ved Decantation, idet man da decanterer gjennem et Filtrum og efter Udvaskningen bringer Opløsningsmidlet paa Filtret og lader det filtrere til Hovedbundfaldet.

Skal Bundfaldet tørres, skeer dette hurtigst ved at tage det fugtige Filtrum, (som ikke drypper mere), ud af Tragten, lægge det paa flerdobbelt Filtrerpapir og sætte et omvendt Bægerglas over. Dernæst stilles det i en lille Digel i Tørreovnen. Tynde Filtre tørres paa Tragten, som overvikles med Filtrerpapir. I Reglen skal det tørrede Bundfald glødes. Det skilles da saa fuldstændigt som muligt fra Filtret, idet man stiller Diglen paa et Stykke Glandspapir, holder Filtret halv omvendt derover og klemmer forsigtigt. I Almindelighed er det bedst at gløde Bundfald og Filtrum hvert for sig (i 2 Digler). I enkelte Tilfælde glødes Bundfaldet derimod indviklet i Filtret. Mange Bundfalds Glødning kræve særegne Forsigtighedsregler, hvorom mere i den specielle Del. Ved Glødning af Filtret opvarmes det først (hvis det kan lade sig gjøre, i Platindigel) ganske svagt, saa at det forkulles, men ikke brænder, og først naar alt Flygtigt er uddrevet, gives stærkere Varme. Derpaa lægges Diglen paa Skraa paa Trekanten, for at give Luften Adgang, men da den er omgiven af en opadstigende, iltfattig Luftstrøm, lægger man en Platinstrimmel eller Digellaaget saaledes, at det hviler dels paa Diglens indvendige Flade, dels paa Trekanten. Herved dannes en Bro, hvorover frisk Luft strømmer ind i Diglen og hurtigt bringer alt Kulstof til at forbrænde. Enkelte noget opløselige Bundfald (som fosfors. Magnesia-Ammon) trænge ind i Filtrets Porer og vanskeliggjøre i høj Grad Forbrændingen. Disse Filtre ind-

vikles bedst i en Platinspiral og brændes over Diglen i selve Flammen af en skraatstillet Lampe.

De glødede Digler afkøles fuldstændigt i Tørreapparatet; man vejer dem, drager Diglernes Vægt og Filterrasken fra og beregner Resultatet.

10. Afdampning

foretages jævnligt for at concentrere Vædsker; undertiden afdampes ogsaa til Tørhed, og Resten glødes og vejes. De sidste Tilfælde ville blive nærmere omtalte i den specielle Del. Concentreringen skeer altid ved en saadan Varme, at Vædsken ikke koger, men fordamper livligt, enten paa Vandbad eller over en aaben (argandsk) Lampe, der langt lettere lader sig regulere end et Sandbad. Porcellainskar foretrækkes for Glaskar. Skaalen bedækkes med et Stykke udvasket Filtrerpapir, som paa passende Maade hindres fra at falde ned i Vædsken.

I.

Exacte Methoder.

Kalium

bestemmes som svovlsurt Kali eller som Chlorkalium.

1. Som svovlsurt Kali. Hvis K. findes i Opløsningen som svovls. Kali, afdampes denne først i en Porcellainsskaal, derpaa i en Platinskaal til Tørhed, men bestandig ved en saa svag Varme, at Vædsken ikke koger. Bedst anvendes en lille aaben Gasflamme eller Vandbad. Er der ikke fri Svovlsyre tilstede, bestaaer Resten af neutr. svovls. Kali, men da dette er vandfrit, indeholder det hyppigt Knistrings-vand. For at undgaae Tab gløder man derfor ikke strax, men opvarmer Platinskaalen med Saltet nogle Timer til 110°. Derpaa glødes og vejes. Indeholder derimod Vædsken, der inddampes, fri Svovlsyre, fjernes Overskuddet af denne ved forsigtig at forhøje Temperaturen; der bliver da surt svovls. Kali tilbage, som ikke knistrer, men som yderst vanskeligt taber alt Overskud af Syre. Den glødede Rest indeholder altsaa mere Svovlsyre end det neutrale Salt. For at udrive denne, lader man Skaalen blive kold, tilsætter et Stykke tørt kuls. Ammon, bedækker Skaalen med et Laag, hvis convexe Side vender nedad, opvarmer først meget svagt, tilsidst gløder man og gjentager Operationen, til Skaalen ikke længere aftager i Vægt.

Det følger af sig selv, at man, hvis Vædsken baade indeholder Saltsyre og Saltpetersyre, maa fjerne ethvert Spor af disse Syre ved Inddampning med Svovlsyre i Porcellainsskaal.

2. Som Chlorkalium. Man gaaer frem ganske, som naar Opløsningen indeholder neutralt svovlsurt Kali (specielt tørrer man ogsaa ved 110°). Men da Chlorkalium er noget flygtigt, navnlig under Luftens Adgang, giver man tilsidst kun begyndende Rødglødhede og anvender helst til Glødningen en Digel med Laag.

Men naar den Vædske, hvori Kalium bestemmes paa en af disse Maader, indeholder en stor Mængde Ammonsalte, og dette vil jo i Reglen være Tilfældet, maa der tages særegne Forsigtighedsregler.

Indeholder Vædsken, hvori K. bestemmes som svovls. Salt, svovls. Ammon, gjør man bedst i at fjerne dette i Platinskaalen, men Glødningen maa her foretages med stor Forsigtighed, fordi det svovls. Ammon smælter, før det fordamper, og derfor er meget tilbøjeligt til at sprøjte. Det maa erindres, at man ved at afdampe og gløde en Blanding af neutralt svovls. Kali og neutr. svovls. Ammon faaer surt svovls. Kali tilbage, og at Behandlingen med kuls. Ammon altsaa i dette Tilfælde ikke kan undgaaes.

Findes der i den Vædske, hvori K. bestemmes som Chlorkalium, en betydelig Mængde Chlorammonium, er det bedst at inddampe det Hele uden Afbrydelse, for at Salmiaken ikke skal krybe op ad Skaalens Sider. Derpaa opvarmer man saa stærkt, at al Fugtighed uddrives, bringer den tørre Masse over i en Platindigel, (som kun maa fyldes $\frac{3}{4}$ deraf), lægger Laaget $\frac{3}{4}$ paa og opvarmer til al Salmiak er fordampet. Derpaa vaskes Skaalen med saa

lidt Vand som muligt, og Vaskevandet inddampes ved svag Varme i Diglen, som derpaa glødes og vejes.

Hvis Vædsken indeholder baade salpeters. Ammon og Chlorammonium, inddampes til Tørhed i Porcellainsskaalen. Den tørre Masse sønderdeles med stærk Svovlsyre under Opvarmning, og de svovlsure Salte behandles som ovenfor.

Natrium

bestemmes som svovls. Natron eller som Chlornatrium, idet man gaaer frem ganske som ved Kalium. Kun har det neutrale svovls. Natron ingen Tilbøjelighed til at knistre. Chlornatrium er ogsaa mindre flygtigt end Chlorkalium.

Adskillelse af Kalium og Natrium

foretages ved indirecte Analyse enten af de svovls. Salte eller af Chlormetallerne.

1. I første Tilfælde vejes de svovls. Salte sammen. Deres Vægt er a. Derpaa opløses de i Vand, og i denne Opløsning bestemmes Svovlsyren som svovlsur Baryt (hvis Vægt er b) paa den nedenfor under Baryum og Svovlsyre angivne Maade.

Til at finde Mængden af Kali og Natron har man da følgende Ligninger:

$$\left.\begin{array}{l} KO : SO_3 KO = x : x_1 \\ NaO : SO_3 NaO = y : y_1 \end{array}\right\} \left.\begin{array}{l} KO : SO_3 BaO = x : x_2 \\ NaO : SO_3 BaO = y : y_2 \end{array}\right\},$$

hvoraf $x_1 + y_1 = a$; $x_2 + y_2 = b$.

I disse 2 sidste Ligninger indgaae ikke andre Ubekjendte end x og y.

For at finde Mængden af Kalium og Natrium behøver man kun i de 2 første Par Ligninger at indsætte K og Na for KO og NaO.

2. Efter at have vejet Chloriderne sammen kan man bestemme Chlormængden, idet man opløser dem i Vand og enten titrerer Chlorbrinten med salpetersurt Sølvilte eller vejer det udskilte Chlorsølv (se Saltsyre). Man har da, hvis man har titreret:

$KO : KCl = x : x_1$ $\quad$ $KO : NO_5 AgO = x : x_2$

$NaO : NaCl = y : y_1$ $\quad$ $NaO : NO_5 AgO = y : y_2$

hvoraf $x_1 + y_1 =$ den samlede Vægt af Chloriderne,

$x_2 + y_2 =$ den anvendte Mængde salpeters. Sølvilte.

Paa aldeles tilsvarende Maade beregnes Resultatet, hvis man har vejet Chlorsølvet, eller hvis man ikke ønsker at kjende Mængden af Alkalierne, men Mængden af Alkalimetallerne.

Baryum

bestemmes saa godt som altid som svovls. Baryt. Det er værdt at lægge Mærke til, at den svovls. Baryt har stor Tilbøjelighed til at drage andre Barytsalte ned med sig, som man ikke kan fjerne ved Udvaskning. Derfor bestemmes Baryt langt nøjagtigere end Svovlsyre, uagtet begge vejes som svovlsur Baryt. Fældningen udføres ved til den varme Opløsning at sætte svag Svovlsyre, henstille Vædsken, helst paa et varmt Sted, 24 Timer, efter hvilken Tids Forløb Bundfaldet fuldstændig har sat sig. Derpaa hældes den klare Vædske paa Filtret, og naar Bundfaldet endnu kun bedækkes af nogle Linier Vædske, hælder man varmt Vand og nogle Draaber Saltsyre derpaa, rører godt om, lader sætte sig, hælder atter den klare Vædske paa Filtret og gjentager disse Operationer 2—3 Gange. Uden disse Forsigtighedsregler løber man Fare for, at Vædsken løber uklar igjennem. Hvert Filtret samles for sig. Den svovls. Baryt tørres paa Filtret, glødes og vejes.

Adskillelse af Baryum og Alkalimetallerne.

Man opløser i Vand eller fort. Saltsyre, fælder Baryten med et lille Overskud af Svovlsyre, inddamper Filtratet, vejer de svovls. Alkalier, opløser dem i Vand og bestemmer deres Svovlsyremængde (se Alkalier). Man maa her anvende en stærkt fortyndet Opløsning, da den svovls. Baryt har stor Tilbøjelighed til at trække svovlsure Alkalier ned med sig.

Strontium

bestemmes som svovls. eller kuls. Salt.

1. Medens den svovls. Baryt kan betragtes som aldeles uopløselig i Vand, er dette ikke Tilfældet med den svovls. Strontian. Derimod er denne uopløselig i svag Alkohol, og Strontium kan derfor alligevel bestemmes som svovls. Salt, naar Opløsningen ikke indeholder andre Salte, der ere uopløselige i Alkohol. Til den vandige Opløsning sættes et ligesaa stort Rumfang Vinaand, derpaa fort. Svovlsyre, og man lader det Hele henstaae 24 Timer, fordi den svovls. Strontian udskiller sig temmelig langsomt. Man vasker med svag Vinaand, tørrer, skiller Bundfald fra Filtrum, gløder og vejer.

2. For at fælde Strontium som kuls. Salt benyttes kuls. Ammon, hvortil man har sat noget frit Ammon, man lader det Hele henstaae nogen Tid, varmer svagt, vasker med en Blanding af kuls. Ammon og Ammon, skiller Bundfald fra Filtrum, gløder svagt og vejer.

Adskillelse af Strontium og Baryum.

1. Indeholder Opløsningen Strontium og Baryum som Chlorider og ingen andre ildfaste Stoffer, kan man inddampe til Tørhed, gløde og veje Chlormetallerne sammen. Derpaa opløses de, og Chlormængden bestemmes. Alt ud-

føres ganske paa samme Maade som den analoge Adskillelse og Alkalimetallerne (dog kan Chloret ikke titreres).

2. Hvis Opløsningen ikke indeholder Salte, der fældes af Alkohol, kan man ogsaa fælde Baryum og Strontium som svovlsure Salte, idet man gaaer frem ganske som naar Strontium bestemmes som svovls. Salt. De vejede svovls. Salte blandes i selve Platindiglen med 4 Dele tørt kuls. Natron ved Hjælp af en lille Platinspade, som derpaa afskylles i 1 Del tørt kuls. Natron, der anbringes ovenpaa Blandingen. Eller man gaaer frem efter Indledningen 5. Massen løsnes let fra Diglen og behandles med Vand, som opløser det svovls. og Resten af det kuls. Natron. Den kuls. Baryt og Strontian vaskes først med Vand, derpaa med en Blanding af kuls. Ammon og Ammon. Man filtrerer bedst i en Flaske. Efter fuldstændig Udvaskning stilles denne paa skraa, og nu tilsættes forsigtig Saltsyre i Overskud. Svovlsyren fældes derpaa med Chlorbaryum med de samme Forsigtighedsregler, som naar Baryt fældes med Svovlsyre. Heraf beregnes Resultatet saaledes:

$BaO : SO_3 BaO = x : x_1$; $BaO : SO_3 BaO = x : x_2$; $x_2 = x_1$

$SrO : SO_3 SrO = y : y_1$; $SrO : SO_3 BaO = y : y_2$

$x_1 + y_1 = a$ (Vægten af de svovls. Salte)

$x_1 + y_2 = b$ (Vægten af den svovls. Baryt fra Svovlsyrebest.)

$$y_2 - y_1 = b - a = \frac{Ba - Sr}{SrO} y.$$

3. I mange Tilfælde kan ogsaa følgende Methode benyttes. Man fælder Opløsningen med en Blanding af svovls. og kuls. Kali og koger. Herved fældes alt Baryum som svovlsurt, alt Strontium som kuls. Salt. Man vasker med en svag Opløsning af kuls. Kali, behandler det endnu fugtige Bundfald tilligemed Filtret med svag Saltsyre og fælder i Filtratet Strontiumet med kuls. Ammon.

Adskillelse af Strontium og Alkalimetallerne skeer bedst ved Hjælp af kuls. Ammon som ovenfor beskrevet (se Strontium 2).

Calcium

bestemmes som svovlsur Kalk, som brændt Kalk eller som kuls. Kalk.

1. Som svovls. Kalk bestemmes Calcium under de samme Omstændigheder som Strontium bestemmes i Form af svovls. Strontian. Men da den svovls. Kalk er endnu lettere opløselig end den svovls. Strontian, maa man tilsætte $\frac{2}{3}$ Rf. Vinaand og vaske med Vinaand paa 60 pc.

2. I Almindelighed fældes Calcium som oxals. Kalk og vejes da i Reglen som brændt Kalk. Er Vædsken sur, overmættes med Ammon. Den ammoniakalske Vædske opvarmes, man tilsætter oxals. Ammon og lader det Hele henstaae 24 Timer paa et varmt Sted (oxals. Kalk udskilles nemlig ikke fuldstændig strax). Naar Bundfaldet har sat sig, hældes den klare Vædske gjennem Filtret, og Bundfaldet behandles som den svovls. Baryt. Man vasker med varmt Vand. Efter at være tørret vikles Bundfaldet ind i Filtret og glødes, til alt Kul er brændt bort. Kulsyren gaaer nemlig lettest bort i Form af Kulilte. Derpaa giver man Platindiglen 10 Minutters Hvidglødhede for Gasblæselampen. For en Sikkerheds Skyld gjentages denne Operation efter Vejningen, til den nye Vejning giver samme Resultat som den nærmest foregaaende.

3. Undertiden bestemmes Calcium som kuls. Kalk, idet man gaaer frem ganske som naar Strontium bestemmes som kuls. Strontian. Efter Vejningen befugtes den kuls. Kalk med en stærk Opløsning af kuls. Ammon, indtørres i Vandbad, glødes svagt og vejes igjen.

Adskillelse af Calcium og Strontium.

1. Man kan, hvis de findes som Chlormetaller og ingen andre ildfaste Stoffer ere tilstede, inddampe, veje Chlormetallerne sammen, opløse dem og bestemme Chloret som Chlorsølv ligesom ved Alkalimetallerne.

2. Eller man kan fælde dem som kulsure Salte, veje disse, opløse dem i Saltsyre, inddampe, gløde og veje Chloriderne eller bestemme deres Chlormængde [1]).

3. Eller man kan fælde den som svovls. Salte, veje disse, smælte med kuls. Natron (eller endog blot koge med kuls. Ammon og Ammon) og bestemme Svovlsyren (se Adskillelse af Baryum og Strontium).

Adskillelse af Calcium og Baryum

foretages som Adskillelsen af Strontium og Baryum 1. (idet Chlorsølvet vejes), 2. og 3.

Adskillelse af Calcium, Strontium og Baryum.

1. Man kan koge med en Blanding af svovls. og kuls. Kali, hvorved Baryum fældes som svovls., de andre som kuls. Salte, og forøvrigt gaae frem, dels som ved Adskillelse af Strontium og Baryum (3.), dels som ved Adskillelse af Calcium og Strontium.

2. Forekomme de som svovls. Salte, kan man gløde og veje; dernæst smælter man med kuls. Natron og gaaer frem som ved Adskillelse af Strontium og Baryum (2.), idet man dels vejer de kuls. Salte, dels bestemmer Svovlsyren i Filtratet som svovls. Baryt. Man har da:

---

[1]) $CaO : CO_2$ $CaO : x : x_1$ $CaO : CaCl : x : x_2$ $CaO : AgCl : x : x_3$
$SrO : CO_2$ $SrO : y : y_1$ $SrO : SrCl : y : y_2$ $SrO : AgCl : y : y_3$

$x_1 + y_1 = a$ (de fundne kuls. Salte)
$x_2 + y_2 = b$ (de fundne Chlorider)
$x_3 + y_3 = c$ (det fundne Chlorsølv).

$$BaO : SO_3\,BaO = x : x_1 \qquad BaO : CO_2\,BaO = x : x_2$$
$$BaO : SO_3\,BaO = x : x_3$$
$$SrO : SO_3\,SrO = y : y_1 \qquad SrO : CO_2\,SrO = y : y_2$$
$$SrO : SO_3\,BaO = y : y_3$$
$$CaO : SO_3\,CaO = z : z_1 \qquad CaO : CO_2\,CaO = z : z_2$$
$$CaO : SO_3\,BaO = z : z_3$$

$x + y_1 + z_1 = a$ (de glødede og vejede svovls. Salte)
$x_2 + y_2 + z_2 = b$ (de kuls. Salte)
$x_3 + y_3 + z_3 = c$ (den svovls. Baryt).

Adskillelse af Calcium og Alkalimetallerne.

Kalken fældes med oxals. Ammon og vejes som brændt Kalk. Vil man i Filtratet bestemme Alkalierne som Chlorider, maa man erindre, at det oxals. Ammon kan omdanne en Del af Chloriderne til kuls. Salte. Efter Glødningen befugter man derfor Resten med en stærk Opløsning af Chlorammonium, afdamper forsigtigt og gløder paa ny.

Adskillelse af de alkaliske Jordarters Metaller og Alkalimetallerne.

Man har her ingen anden Methode end at fælde Baryum, Strontium og Calcium med kuls. Ammon og Ammon, og i Filtratet bestemme Alkalierne.

Magnium

bestemmes som pyrofosforsur Magnesia eller som brændt Magnesia.

1. Er Vædsken meget fortyndet maa den først concentreres ved Afdampning, derpaa tilsætter man fosfors. Natron. Forsaavidt herved fremkommer et Bundfald, opløses det igjen ved svag Saltsyre. Derpaa gjøres Vædsken ammoniakalsk [1]),

[1]) Vilde man strax gjøre Vædsken ammoniakalsk, kunde det fosfors. Magnesia-Ammon undertiden indeholde Magnesiahydrat.

og man lader det Hele henstaae 24 Timer paa et varmt Sted. Bundfaldet bestaaer af $PO_5, 2MgO, NH_4O, 12HO$. Det vaskes ikke med Vand, hvori der er noget opløseligt, men med Ammoniakvand (1 Del Ammon af Vf. 0.96 + 3 Dele Vand). Derpaa tørres det, skilles saa fuldstændigt som muligt fra Filtret og glødes, hvorved det efterlader $PO_5, 2MgO$. Filtret forbrænder vanskeligt og glødes derfor bedst i en Platinspiral.

2. I de Tilfælde, hvor man foruden Magnesia skal bestemme Alkalier, maa man fælde med kuls. Ammon. Fældningsmidlet tilberedes ved at opløse 230 Grammer af det i Handelen forekommende $\frac{3}{2}$ kuls. Ammon i 180 Gr. Ammoniakvand af Vf. 0.92 og fylde op til 1 Litre. Magnesiaopløsningen maa være saa concentreret som mulig. Er den sur, maa den neutraliseres eller endog overmættes svagt med Ammon. Ved Tilsætning af det kuls. Ammon dannes et fyldigt Bundfald, som ved Omrystning fuldstændig opløses i et Overskud af Fældningsmidlet; men efter nogen Tids Forløb udskilles det paa ny som krystallinsk $C_2O_4, MgO, NH_4O, 4HO$. Man lader det Hele staae hen 24 Timer, helst under flittig Omrøring. Man vasker med Fældningsmidlet (ikke med Vand), tørrer, gløder, og vejer den brændte Magnesia.

Adskillelse af Magnium og Calcium.

Man overmætter med Ammon; fremkommer herved et Bundfald, opløses det i svag Saltsyre, og Vædsken overmættes paa ny med Ammon. Calcium fældes da med oxals. Ammon og i Filtratet Magnium med fosfors. Natron.

Adskillelse af Magnium og Strontium

skeer ved at fælde Strontium med Vinaand og Svovlsyre, fordampe Vinaanden af Filtratet og fælde Magnium med fosfors. Natron.

Adskillelse af Magnium og Baryum foretages ved at fælde Baryum med Svovlsyre og (vel at mærke) vaske den svovls. Baryt med kogende Vand. I Filtratet bestemmes Magnium med fosfors. Natron.

Adskillelse af Magnium fra Baryum og Calcium.

Man gjør bedst i at fælde alt Baryum og Størstedelen af Calcium med Svovlsyre uden Tilsætning af Vinaand, veje de svovls. Salte og adskille Baryum og Calcium paa bekjendt Maade. I Filtratet fældes Resten af Calcium med oxals. Ammon. Magnium bestemmes som pyrofosfors. Magnesia.

Adskillelse af Magnium og Alkalimetallerne skeer ved Hjælp af kuls. Ammon (se Magnium 2.). Men hvis der er Kali tilstede, kan det kuls. Magnesia-Ammon og altsaa ogsaa den brændte Magnesia indeholde lidt kuls. Kali, som imidlertid kan udtrækkes af den glødede Masse med varmt Vand (ved Decantation) og selvfølgelig sættes til Filtratet. Sligt intræffer ikke, naar Natron alene er tilstede.

Aluminium

bestemmes som Lerjord.

Hvis Vædsken er sur, neutraliseres den næsten med Ammon og Lerjorden udskilles helst med frisk tilberedt Svovlammonium, eller hvor dette ikke lader sig gjøre, med kuls. Ammon eller Ammon. I de to sidste Tilfælde skal Opløsningen ikke være for fortyndet, den skal indeholde Ammonsalte i rigelig Mængde, og man maa ved Opvarmning fjerne alt Overskud af Ammon eller kuls. Ammon. Til Vaskningen anvendes varmt Vand. Har Vædsken været opvarmet, er Lerjordhydratet vanskeligt at vaske. Hensigtsmæssigt overgyder man det nogle Gange med varmt Vand,

lader dette dryppe af og halvtørrer Filtrat med Bundfaldet (dog ikke mere, end at Bundfaldet ved at trykkes mod det tørre Filtrum befugter dette). Nu er det let at udvaske fuldstændigt med varmt Vand. Derpaa tørrer man stærkt, opvarmer i længere Tid svagt før Glødningen og gløder derpaa stærkt og længe. (Ellers er Lerjorden hygroskopisk).

Adskillelse af Aluminium og Magnium frembyder Vanskeligheder, fordi Lerjorden har en mærkelig Tilbøjelighed til at drage Magnesia ned med. Kan det lade sig gjøre, anvendes følgende Methode. Man tilsætter Chlorammonium og fælder Lerjorden med Svovlammonium. Den saaledes fældede Lerjord er magnesiafri. I Filtratet fældes Magnium med fosfors. Natron. Iøvrigt se næste Stykke.

Adskillelse af Aluminium og Magnium, Calcium, Strontium, Baryum.

Man tilsætter Ammon og en stærk Opløsning af Chlorammonium og koger, til hvert Spor af Ammon er uddrevet[1]). Da Lerjorden er fældet i Varmen, er den vanskelig at vaske og behandles som nævnt under Aluminium. I Filtratet skilles de øvrige Stoffer paa bekjendt Maade.

Adskillelse af Aluminium og Alkalimetallerne.

Lerjorden fældes med Svovlammonium eller ved Chlorammonium, Ammon og Kogning. I Filtratet bestemmes Alkalierne som sædvanligt.

Chrom

bestemmes som Chromtveilte.

1. Findes det som Chromtveilte i en Opløsning, kan man fælde det fuldstændigt ved sædvanlig Temperatur med Svovl-

[1]) Magnesia eller kuls. alkaliske Jordarter sønderdele nemlig ved Kogning Salmiak, saa at der dannes Chlormagnium osv, som opløses, og frit eller kuls. Ammon, der gaae bort ved Kogningen.

ammonium; hvor dette ikke lader sig gjøre, fælder man med Ammon. Naar hvert Spor af Ammon koges bort, udskilles Chromtveiltet fuldstændigt baade af de violette og de grønne Salte. Man vasker med varmt Vand, tørrer, gløder i en Platindigel med tætsluttende Laag (paa Grund af den isomere Forbrænding) og vejer.

2. Forekommer Chrom derimod i en Opløsning som Chromsyre, reduceres denne bedst med Svovlbrinte. Efter Mætning varmer man, lader Svovlet samle sig, filtrerer, fælder med Ammon og bortkoger Ammonet.

Adskillelse af Chrom og Aluminium

skeer ved at omdanne Chromet til Chromsyre. Chromtveilte og Lerjord fældes sammen med Ammon og Bortkogning af Ammonet. De tørre Ilter smæltes med 6 Dele af en Blanding af 1 Del Salpeter og 2 Dele tørt kuls. Natron i en Platindigel. Massen bringes derpaa i et Bægerglas; man tilsætter ikke for lidt chlors. Kali, overmætter svagt med Saltsyre, inddamper betydeligt og tilsætter nu under Opvarmning lidt chlors. Kali, til al Saltsyre er destrueret. Derpaa fortynder man med Vand, fælder Lerjorden med Ammon, bortkoger Ammonet, reducerer i Filtratet Chromsyren med Svovlbrinte og gaaer videre efter Chrom 2. Behandlingen med chlors. Kali er nødvendig, fordi der ved Smæltningen dannes noget salpetersyrlet Kali, der ved Opløsning i en Syre vil reducere noget Chromsyre.

Adskillelse af Chrom og Magnium

skeer, naar Vædsken ikke indeholder Svovlsyre, bedst ved kuls. Baryt. Findes Chrom som Syre, reduceres det først med Svovlbrinte. Efter at Svovlet er skilt fra, neutraliseres Vædsken næsten (men ikke fuldstændigt) med Ammon.

Derpaa tilsættes rent kuls. Baryt, som fuldstændigt, om end langsomt, udskiller alt Chromtveilte. Efter mindst 24 Timers Henstand under flittig Omrøring, filtreres; man vasker med koldt Vand, opløser Bundfaldet (kuls. Baryt og Chromtveilte) i Saltsyre, fælder Baryten med Svovlsyre og i Filtratet Chromet med Ammon. I det oprindelige Filtrat udskilles Baryten ligeledes med Svovlsyre, og Magnesia bestemmes som sædvanligt.

Adskillelse af Chrom og Baryum, Strontium, Calcium, Magnium, Natrium, Kalium.

Findes Chromet som Chromsyre, reduceres denne først med Svovlbrinte. Dernæst fældes Chromtveiltet med Ammon, og hvert Spor af Ammon koges bort. I Filtratet bestemmes de øvrige Stoffer som sædvanligt.

Jern

bestemmes næsten altid som Jerntveilte, men Fældningen foretages paa forskjellig Maade. Er Jernet tilstede som Metal, Foriltesalt, Mellemilte, iltes det med Salpetersyre eller Kongevand, eller chlors. Kali og Saltsyre, undertiden ved at tillede Chlor.

1. Man fælder med Ammon i Varmen. Bundfaldet sætter sig let; derpaa filtrerer man, vasker med varmt Vand og udvasker ogsaa Ammoniaksaltene (indeholder nemlig Jerntveiltehydratet Chlorammonium, dannes let ved Glødningen flygtigt Jernchlorid). Man behøver ikke at skille Bundfaldet fra Filtret, men maa, ligesom ved Lerjord, i Begyndelsen kun ophede svagt, tilsidst stærkt.

2. Man afdamper den meste frie Syre, mætter næsten med kuls. Natron (i en skraat stillet Flaske), tilsætter eddikes. Natron, til det eddikes. Jerntveiltes røde Farve kommer frem, og derpaa lidt fri Eddikesyre. Nu opvarmer man til Kog-

ning, hvorved alt Jern fældes som bas. eddikes. Jerntveilte, der sætter sig let og hurtigt. Man vasker i Begyndelsen med Vand, tilsidst med eddikes. Ammon.

Adskillelse af Jern og Chrom[1])

foretages ganske som Adsk. af Chrom og Aluminium.

Adskillelse af Jern og Aluminium.

Den saltsure Opløsning gydes draabevis i Natronlud, som holdes kogende i en Sølvskaal. Herved fældes Jerntveiltehydrat, medens al Lerjord bliver i Opløsningen. Men det udvaskede Jerntveiltehydrat indeholder Natron. Det endnu fugtige Bundfald opløses derfor paa ny i Saltsyre og fældes med Ammon. Lerjordopløsningen overmættes med Saltsyre og fældes med Ammon, idet det frie Ammon koges bort. Det udvaskede Bundfald opløses og fældes paany.

Findes der særdeles meget Jern ved Siden af lidt Aluminium kan Jerntveiltehydratet indeholde Lerjord. I dette Tilfælde opløses det første Jernbundfald, efter at være udvasket i Saltsyre og gydes igjen i en kogende Natronopløsning. Filtratet herfra føjes til den første Natronopløsning, og Jerntveiltehydratet behandles som ovenfor.

Adskillelse af Jern og Magnium, Calcium, Strontium, Baryum,

kan udføres 1. med Chlorammonium og Ammon og Bortkogning af Ammonet, 2. ved næsten at neutralisere med kuls. Natron, tilsætte eddikes. Natron og Eddikesyre og koge. Ved begge Methoder udskilles alt Jern, medens de andre Stoffer blive i Opløsningen. For Baryums Vedkom-

---

[1]) Ved Adskillelse af Jern og andre Stoffer forudsættes det tilstede som Tveilte.

mende kan man ogsaa først fælde med Svovlsyre og i Filtratet udskille Jernet ved Ammon.

Adskillelse af Jern og Alkalimetallerne skeer ved Ammon. Undertiden kan Bundfaldet tilbageholde lidt Kali eller Natron. Det opløses derfor paa ny i Saltsyre og fældes med Ammon. Filtratet sættes til det forrige.

Mangan

bestemmes som Manganmellemilte, ($Mn_3 O_4$), men Udskillelsen foretages paa forskjellige Maader.

1. Forekommer Mangan som Foriltesalt — og til dette Tilfælde kan man jo ved Kogning med Saltsyre reducere alle andre — og findes ingen andre Baser i Opløsningen, fældes med kuls. Natron. Man varmer, men det er ikke nødvendigt at koge. Efter Udvaskning skilles det kulsure Manganilte saa fuldstændigt som muligt fra Filtret, som glødes for sig. Stærk Rødglødhede under Luftens Adgang omdanner det til Manganmellemilte.

Hvis Vædsken indeholder et Overskud af Ammonsalte, maa man tilsætte et Overskud af kuls. Natron og bortkoge alt Ammon. Herved vil undertiden det kuls. Manganilte iltes og blive brunt, men dette er uden Betydning, thi ogsaa Tveiltet bliver ved Glødning til Mellemilte.

2. I mange Tilfælde maa man for at skille Mangan fra andre Stoffer fælde det med Svovlammonium som Svovlmangan. I saa Fald overmættes Vædsken med Ammon, og uanset, om der herved fremkommer Bundfald eller ej, tilsættes Svovlammonium. Man filtrerer uden Afbrydelse og holder Tragten bedækket med en Glasplade, og man vasker med Vand, der indeholder lidt Svovlammonium (paa 100 Ccm. omtr. 20—30 Draaber). Ellers vilde noget Svovlmangan

kunne iltes til svovls. Salt og gaae tabt for Manganbestemmelsen. Svovlmanganet opløses endnu fugtigt i svagt Saltsyre. Man bortkoger Svovlbrinten, filtrerer fra udskilt Svovl og fælder med kuls. Natron (se 1.).

Imidlertid maa man kun i Nødstilfælde udskille Manganet som Svovlmangan, navnlig naar Vædsken indeholder mange Ammonsalte; thi det er ikke ganske uopløseligt heri.

3. Man neutraliserer næsten med kuls. Natron, tilsættes eddikes. Natron og Eddikesyre, fortynder stærkt, varmer, leder Chlor i til Mætning og fælder den purpurrøde Opløsning med Ammon. Bundfaldet (Mangantveiltehydrat) vaskes og kan nu enten glødes til Mellemilte (hvortil dog behøves Gasblæselampe) eller opløses i varm Saltsyre; man varmer til man ikke længere kan lugte Chlor, og fælder med kulsurt Natron.

Adskillelse af Mangan og Jern.

1. Man koger med Saltsyre for at være vis paa, at alt Mangan er tilstede som Foriltesalt. Dernæst gaaes frem som ved Adskillelse af Jern og Magnium 2.

2. Ogsaa her koges med Saltsyre. Under selve Kogningen overmætter man med Ammon og koger, til Lugten af Ammon er forsvunden. Manganet er da i Opløsningen og Jernet i Bundfaldet. Men er der meget Mangan ved Siden af lidt Jern, kan Jerntveiltehydratet være manganholdigt. Det udvaskede Bundfald opløses da paa ny i varm Saltsyre, og Fældningen gjentages ganske paa samme Maade. I de samlede Filtrater fældes Manganet med kuls. Natron.

Adskillelse af Mangan og Chrom

skeer som Adskillelse af Chrom og Magnium.

Adskillelse af Mangan og Aluminium

skeer som Adsk. af Mangan og Jern (2.). At den udskilte Lerjord er rødlig (ikke brun), hidrører ganske vist fra et Spor af Mangan, men dette Spor er uvejeligt.

Adskillelse af Mangan og Magnium.

1. Udføres efter Mangan 3. Men efter Tilsætning af Ammon koges alt Overskud af Ammon bort. Magnium kan i Filtratet fældes med fosfors. Natron.

2. Men hvis Vædsken indeholder Ammonsalte, kan Methoden ikke benyttes (Chlorkvælstof). I saa Fald gaaes frem efter Mangan 2., idet man anvender en ikke for ringe Mængde Svovlammonium. I Filtratet kan Magnium ligefrem fældes som i 1.

Adskillelse af Mangan og Calcium, Strontium, Baryum

skeer som Adsk. af Mangan og Magnium 1. Man kan ikke vel skille Mangan og Calcium fuldstændigt ved Svovlammonium. For Baryums Vedkommende er det simplest først at udskille det med Svovlsyre, og i Filtratet fælde Mangan med kuls. Natron.

Adskillelse af Mangan og Alkalimetallerne

kan udføres med Svovlammonium efter Mangan 2.

Adskillelse af Mangan, Jern, Aluminium, Magnium, Calcium

er et i Silicatanalyser hyppigt forekommende Tilfælde. Den bedste Methode er følgende: Man fortynder Opløsningen tilstrækkeligt, tilsætter eddikes. Natron, leder Chlor i til Mætning, tilsætter Ammon og bortkoger ethvert Spor af frit Ammon. Man har da: 1. et Bundfald, som indeholder

Mangan, Jern og Aluminium som Tveilter, 2. en Opløsning, som indeholder Magnium og Calcium som Chlorider.

1. Findes kun lidt Mangan (det sædvanlige Tilfælde), opløses Bundfaldet i Saltsyre, og Vædsken varmes, til al Lugt af Chlor er forsvunden. Den kogende Opløsning fældes med Ammon, hvoraf Overskuddet koges bort, og Stofferne skilles paa bekjendt Maade. Er der derimod meget Mangan tilstede, opløses som før i varm Saltsyre, man mætter næsten med Ammon, tilsætter kuls. Baryt og udskiller paa denne Maade Jerntveilte og Lerjord, medens Manganforchlor og noget Chlorbaryum bliver i Opløsningen. Bundfald og Opløsning behandles paa bekjendt Maade (se Adskillelse af Chrom og Magnium).

2. Opløsningen behandles efter Adskillelse af Magnium og Calcium.

Zink

bestemmes som Zinkilte eller som Svovlzink.

1. I Reglen fældes Zink med kuls. Natron, man anvender dette i et saa lille Overskud som muligt og bringer det Hele i Kog (ellers bliver et Spor af Zink i Opløsningen). Men man maa ikke koge for længe (ellers omdannes let det bas. kuls. Zinkilte til bas. Salte af de andre Syrer, som findes i Vædsken: Svovlsyre, Saltsyre osv., og af disse bas. Salte lader Syren sig vanskeligt uddrive ved Glødning). Filtratet prøves altid med Svovlammonium. Fremkommer herved et lille Bundfald, samles det og omdannes ved Glødning til Zinkilte. Efter at det kuls. Zinkilte er tørret, skilles det med særlig Omhu fra Filtret. Da Zink er et flygtigt Metal, maa man nemlig undgaae enhver Anledning til Reduction. Derfor glødes ogsaa Filtret ved saa svag Varme som muligt, Resten befugtes efter Afkøling med Salpetersyre (som fjernes ved svag Varme) og glødes derpaa igjen.

2. Indeholder Vædsken Ammonsalte, er det bedre at fælde Zinken som Svovlzink. Man tilsætter Ammon, til det udskilte Zinkilte atter er opløst, derpaa fældes med Svovlammonium. Fældningen foretages helst i en Flaske, som man derpaa tilpropper og lader staae hen, til Bundfaldet fuldstændig har sat sig. Svovlzink er nemlig meget tilbøjeligt til at stoppe Filtrets Porer. Vaskningen foretages med samme Forsigtighedsregler som Vaskningen af Svovlmangan. Svovlzinken kan nu behandles paa forskjellige Maader:

a. Man kan opløse det endnu fugtige Bundfald (uden at skille det fra Filtret) i stærk Saltsyre, tilsætte Vand, opvarme, til Svovlbrintelugten er forsvunden, filtrere og i Filtratet fælde Zinken med kuls. Natron.

b. Svovlzinken tørres, og skilles derpaa saa fuldstændigt som muligt fra Filtret. Dette brændes for sig ligesom under 1. Svovlzinken bringes i samme Digel, glødes under Luftens Adgang og befugtes derpaa med nogle Draaber Salpetersyre. Man indtørrer nu ved svag Varme og gløder paa ny under Tilsætning af lidt fast kuls. Ammon. Derpaa befugtes igjen med Salpetersyre, og Operationen gjentages. Herved faaes alt Svovlzink omdannet til Zinkilte. Ved alle Glødninger gives kun jævn Rødglødhede.

c. Man tørrer Svovlzinken, skiller den saa fuldstændig som mulig fra Filtret og brænder dette som under 1., bringer derpaa Svovlzinken i samme lille Porcellainsdigel, tilsætter et Overskud af pulverformet Svovl og lægger et gjennemhullet Laag paa Diglen. I Digellaagets Aabning passer løst et bøjet Porcellainsrør, hvorigjennem ledes en Strøm af tør Brint. Nu opvarmes Diglen efterhaanden til Glødhede, afkøles i Brintstrømmen, og vejes. Derpaa tilsættes paany Svovl, og samme Operation gjentages. Paa

denne Maade bliver rent Svovlzink tilbage. Saaledes kan ogsaa Zinkilte omdannes til Svovlzink.

For det Følgendes Skyld bemærkes, at Zink fældes fuldstændig med Svovlbrinte af en eddikesur Opløsning. I dette Tilfælde vaskes med en Blanding af svag Eddikesyre og Svovlbrintevand.

Adskillelse af Zink og Mangan.

Er Vædsken sur, neutraliseres næsten med kuls. Natron, derpaa tilsættes eddikesurt Natron og Eddikesyre. Man fælder Zink med Svovlbrinte og bestemmer i Filtratet Mangan paa sædvanlig Maade.

Adskillelse af Zink og Jern

skeer som Adskillelse af Jern og Magnium 2.

Adskillelse af Zink og Chrom

foretages som Adskillelse af Chrom og Magnium, men er ikke fuldt saa nøjagtig.

Adskillelse af Zink og Aluminium, Magnium, Calcium, Strontium, Baryum.

Man neutraliserer næsten med kuls. Natron, tilsætter eddikes. Natron og Eddikesyre og fælder Zinken med Svovlbrinte. I Filtratet skilles de øvrige Stoffer paa bekjendt Maade. Zink og Baryum skilles simplest ved først at fælde Baryum med Svovlsyre og i Filtratet Zink med kuls. Natron.

Adskillelse af Zink og Alkalimetallerne

skeer ved Svovlammonium (se Zink 2.) eller ved at neutralisere næsten med kuls. Ammon, tilsætte eddikes. Ammon og Eddikesyre og tillede Svovlbrinte.

Kobolt

bestemmes som metallisk Kobolt, men udskilles paa forskjellig Maade.

1. I Reglen fældes det af den varme Opløsning med Natron. Man koger imidlertid kun et Øjeblik; man vasker med varmt Vand, men ikke for længe. Derpaa tørres Bundfaldet og glødes, hvorved faaes en Blanding af forskjellige Ilter, der reduceres til Metal i en Brintstrøm i det Apparat, som er bestemt under Zink (2. c). Man lader det reducerede Kobolt afkøles i Brintstrømmen. Efter Vejningen behandles det i selve Diglen med lidt Vand, som kan decanteres forsigtigt; dette gjentages, og man kan paa denne Maade udtrække lidt Natron. Tilsidst glødes igjen i Brintstrømmen og vejes.

2. Indeholder Opløsningen foruden Kobolt intet andet ildfast Stof og af Syrer kun Saltsyre, Salpetersyre eller Kongevand, inddamper man forsigtig til Tørhed først i Porcellainsskaal, derpaa i Porcellainsdigel og gløder det dannede Chlorkobolt i en Brintstrøm paa samme Maade som før.

3. Naar Opløsningen indeholder Ammoniaksalte udskilles Kobolt bedst som Svovlkobolt med Svovlammonium af den ammoniakalse Opløsning. Man lader Bundfaldet sætte sig i en tilproppet Flaske og vasker med Vand, det indeholder lidt Svovlammonium (se Mangan 2.) og Chlorammonium. Filtrering og Vaskning maa ikke afbrydes. a. Efter at Bundfaldet er tørret, skilles det saa fuldstændigt som muligt fra Filtret; dette forbrændes i en Digel, Bundfaldet bringes i samme Digel og behandles forsigtig med stærk Salpetersyre, denne afdampes ved svag Varme, derpaa gløder man stærkt under Tilsætning af fast kuls. Ammon og gløder endelig i en Brintstrøm. b. Denne Behandlingsmaade er i Reglen at foretrække for en anden, mere almindelig: Ogsaa her brændes Filtret for sig; Asken og Svovlkoboltet opvarmes med Kongevand, til der kun bliver

gult Svovl tilbage; man fortynder, filtrerer og fælder med Natron efter 1.

4. Opløsningen neutraliseres med kuls. Natron og inddampes betydeligt. Derpaa tilsættes en concentreret Opløsning af salpetersyrlet Kali; man gjør Opløsningen ganske svagt sur med fort. Eddikesyre og lader det Hele staae hen mindst 48 Timer. Bundfaldet (et salpetersyrlet Kobolttveilte-Kali af ikke fuldstændig bekjendt Sammensætning) vaskes med en Opløsning af Chlorkalium og opløses derpaa i varm Saltsyre; Opløsningen fortyndes og fældes enten med Natron efter 1. eller endnu bedre med Svovlammonium (efter 3.).

Nikkel

bestemmes som Nikkelilte.

Fældningen foretages paa samme Maade som ved Kobolt (1.); men Tilstedeværelsen af Ammonsalte har ingen Indflydelse paa Fældningens Fuldstændighed. Nikkeliltet glødes stærkt og vejes som Ni O. Hensigtsmæssigt befugtes det vejede Ilte med Salpetersyre og vejes paa ny.

2. I mange Tilfælde er det nødvendigt at fælde Nikkel som Svovlnikkel, men Sagen har sine Vauskeligheder, fordi Svovlnikkel er noget opløseligt i gult Svovlammonium. Er der imidlertid en ikke for ringe Mængde af et andet Metal tilstede, der samtidig fældes af Svovlammonium, opløses Intet. For at undgaae Iltningen af Svovlammoniet gaaer man saaledes frem: Man neutraliserer den fortyndede Nikkelopløsning næsten fuldstændigt med Ammon, mætter med Svovlbrinte i en Flaske og overmætter derpaa ganske svagt med Ammon. Man kan strax filtrere og Bundfaldet vaskes saavidt muligt uden Luftens Adgang med Vand, hvortil er sat Svovlbrinte og Chlorammonium. Det tørre Bundfald be-

handles enten efter Kobolt 3. a, idet man dog udelader Tilsætningen af kuls. Ammon og Glødningen i Brint, eller efter Kobolt 3. b.

Adskillelse af Nikkel og Kobolt

skeer ved Hjælp af salpetersyrlet Kali (Kobolt 4.). Til Filtratet for Koboltdobbeltsaltet sættes paa ny salpetersyrlet Kali og lidt Eddikesyre, og ved at lade det Hele staae hen nogle Dage overbeviser man sig om, at alt Kobolt er udskilt. I Filtratet fra Koboltdobbeltsaltet kan Nikkel da fældes med Natron.

Adskillelse af Nikkel eller Kobolt og Zink

skeer som Adskillelse af Zink og Mangan; kun er det her af Vigtighed, at Vædsken er stærkt eddikesur, og at man ikke lader Opløsningen med Bundfaldet staae hen, før man filtrerer, fordi Svovlzinken da let kommer til at indeholde smaa Mængder af de andre Svovlmetaller. Er der ikke for lidt Zink tilstede, vil det være bedst at fælde alle 3 Stoffer med kuls. Natron (under disse Omstændigheder fældes Nikkel og Kobolt fuldstændigt med kuls. Natron), opløse Bundfaldet i stærk Eddikesyre og tillede Svovlbrinte; Svovlnikkel og Svovlkobolt fældes nemlig langt lettere, naar der er Alkalisalte tilstede, end her, hvor dette ikke er Tilfældet.

Adskillelse af Nikkel eller Kobolt og Mangan.

Man fælder Ilterne sammen med Natron. At Manganiltet under Vaskningen iltes er uden Betydning. De skilles fra Filtret, og dette brændes. Aske og Ilter blandes med Svovl og glødes i en Brintstrøm (se Zink 2. c). Af de blandede Svovlmetaller udtrækkes Svovlmangan med svag Saltsyre. Svovlnikkel og -kobolt opløses i Kongevand og skilles som sædvanligt.

Adskillelse af Nikkel eller Kobolt og Jern skeer som Adskillelse af Jern og Magnium 2. Methoden er dog nøjagtigere for Kobolt end for Nikkel. Er Nikkel tilstede, opløses det fældede basisk eddikes. Jerntveilte paa ny i Saltsyre og behandles paa samme Maade.

Adskillelse af Nikkel eller Kobolt og Aluminium, Magnium, de alkaliske Jordarters Metaller og Alkalimetallerne.

Man neutraliserer med kuls. Natron eller med Ammon, saa at Vædsken er saa lidt sur som muligt, mætter fuldstændigt med Svovlbrinte og tilsætter eddikes. Natron eller eddikes. Ammon. Herved udskilles Nikkel og Kobolt fuldstændigt som Svovlmetaller. De vaskes med en Blanding af Svovlbrintevand og eddikes. Ammon.

Cadmium

bestemmes som svovls. Cadmiumilte eller som Cadmiumilte, det Sidste dog ikke gjerne, uden naar man har det i en ren salpeters. Opløsning, der da inddampes forsigtig til Tørhed og glødes. At fælde Cadmium med kuls. Kali[1]) af en varm Opløsning og gløde det kuls. Salt frembyder betydelige Vanskeligheder, fordi Cadmium saa let reduceres og er saa flygtigt. Derimod maa Cadmium meget hyppigt for at skilles fra andre Stoffer fældes med Svovlbrinte; det dannede Bundfald vaskes med Vand, der indeholder lidt Svovlbrinte og ganske lidt Saltsyre. Det kan tørres ved 100° paa et ved 100° tørret og vejet Filtrum og vejes; men i Reglen er det fordelagtigere at opløse det endnu fugtige Bundfald i 1 Del Svovlsyre og 5 Dele Vand med

---

[1]) Ikke kuls. Natron; dette Bundfald lader sig ikke vaske.

Tilsætning af lidt Salpetersyre, afdampe forsigtigt, først i en Porcellainsskaal, derpaa i en Platindigel, gløde svagt og veje. Det svovls. Cadmiumilte sønderdeles nemlig først ved høj Temperatur.

Adskillelse af Cadmium fra alle foregaaende Stoffer

skeer ved Svovlbrinte i en sur Opløsning (helst i en saltsur eller svovlsur). Skal det skilles fra Zink, maa Opløsningen være mere sur end ellers, og hvis den alene indeholder Salpetersyre, maa denne først sønderdeles ved Inddampning med Saltsyre.

Bly

bestemmes hyppigst som svovlsurt Blyilte, dog ogsaa som Svovlbly.

1. Man tilsætter Svovlsyre, inddamper, til der begynder at vise sig hvide Svovlsyredampe, fortynder derpaa med Vand og tilsætter $\frac{1}{8}$ Rumfang Vinaand, hvorved Bundfaldet lettere og fuldstændigere sætte sig. Da svovls. Blyilte er noget opløseligt i Vand, men aldeles uopløseligt i en Blanding af meget svag Saltsyre og Vinaand, vasker man først med en saadan Blanding, tilsidst med Vand + $\frac{1}{8}$ Rf. Vinaand. Det tørrede Bundfald skilles saa godt som muligt fra Filtret. Dette brændes for sig, Asken befugtes med en Draabe Salpetersyre og en Draabe svag Svovlsyre, inddampes forsigtigt og glødes. Det svovls. Blyilte glødes meget svagt.

2. Hyppigt maa Bly for at skilles fra andre Stoffer udfældes med Svovlbrinte. Fældningen foregaaer ligegodt i neutrale og sure Vædsker, men er Vædsken meget sur, fortyndes den, eller man afstumper Syren noget med Ammon. Man mætter fuldstændig med Svovlbrinte og vasker

med svovlbrinteholdende Vand. Det udvaskede Bundfald kan behandles paa forskjellig Maade.

a. Man kan opløse det i Salpetersyre. Det udskilte Svovl filtreres fra, og i Filtratet bestemmes Blyet som svovlsurt Blyilte efter 1. Men da der ved Indvirkningen af Salpetersyren paa Svovlblyet samtidigt dannes noget svovls. Blyilte, som findes indblandet i det frafiltrerede Svovl, maa Filtret med Svovlet glødes, Asken befugtes med Salpetersyre og Svovlsyre, glødes paa ny og regnes med som svovls. Blyilte.

b. Men Svovlblyet kan ogsaa vejes som saadant. Det tørres og skilles godt fra Filtret. Dette brændes for sig i en Porcellainsdigel. Det øvrige Svovlbly bringes dernæst i samme Digel, blandes med Svovl og glødes i en Brintstrøm ved lys Rødglødhede. Behandlingen gjentages til constant Vægt (se Zink 2. c). Svovlblyet skal være tydelig krystallinsk.

Adskillelse af Bly og Cadmium.

Man tilsætter svag Svovlsyre og $\frac{1}{8}$ Rumfang Vinaand og lader det Hele staae hen i nogle Timer. Filtratet fra det svovls. Blyilte (som vaskes med svag Vinaand) afdampes, og Cadmium vejes som svovls. Salt.

Adskillelse af Bly og alle før Cadmium nævnte Stoffer.

Findes ingen alkaliske Jordarter, kan Adskillelsen skee ganske som Adskillelse af Bly og Cadmium. Denne Methode er navnlig at anbefale til at skille Bly fra Zink. Findes derimod alkaliske Jordarter, gjøres Opløsningen sur (dog ikke saltsur), og Blyet udskilles med Svovlbrinte.

Vismut

kan bestemmes som Vismutilte og som basisk Chlorvismut ($Bi\,Cl_3$, $2\,Bi\,O_3$, HO).

1. Af en salpetersur og saltsyrefri Opløsning udskiller kuls. Ammon basisk kulsurt Vismutilte. Man lader Blandingen henstaae nogle Timer paa et varmt Sted. Det udvaskede og tørrede Bundfald skilles fra Filtret, som brændes for sig; Asken befugtes med Salpetersyre, tørres og glødes. Bundfaldet selv glødes ved mørk Rødglødhede.

2. Indeholder Opløsningen derimod Saltsyre, mætter man tildeels med Ammon, dog ikke mere, end at Vædsken er klar. Derpaa tilsættes Vand (hvis Opløsningen ikke indeholder Saltsyre, men man alligevel vil benytte denne Methode, først Chlorammonium). Man lader Bundfaldet sætte sig, hælder en Del af Vædsken fra og prøver, om den giver Bundfald med mere Vand. Det basiske Chlorvismut samles paa et ved 100° tørret og vejet Filtrum og tørres ved samme Temperatur. Man erindrer, at det ikke lader sig gjøre at afdampe den frie Saltsyre af en stærk Vismutopløsning, fordi der let samtidig fordamper noget Chlorvismut.

3. I mange Tilfælde udskilles Vismut af sine Opløsninger med Svovlbrinte. Opløsningen maa da ikke være for sur, thi af alle i Salpetersyre opløselige Svovlmetaller opløses Svovlvismut lettest. Man kan afstumpe Syren med Ammon eller fortynde med mættet Svovlbrintevand. Det fugtige Svovlvismut opløses i Salpetersyre, og dets Vismut bestemmes efter 1 eller 2.

Adskillelse af Vismut og Bly.

Man inddamper den salpetersure Opløsning til et lille Rumfang og tilsætter derpaa saa megen Saltsyre, at alt Vismut bliver i Opløsningen, medens Størstedelen af Blyet

udskilles som Chlorby. Naar dette har sat sig fuldstændig, prøver man, om en Draabe Vand frembringer nogen Uklarhed i den ovenstaaende Vædske: i saa Fald maa der tilsættes mere Saltsyre. Naar derimod først en halv Snes Draaber Vand frembringe en stadig Uklarhed, opløses denne med et Par Draaber Saltsyre, man tilsætter svag Svovlsyre og lader det Hele staae hen under jævnlig Omrøring, for at alt Chlorbly kan omdannes til svovls. Blyilte; derpaa tilsættes noget Alkohol, og man lader det svovls. Blyilte Tid til at sætte sig. Det vaskes med Alkohol, hvortil man har sat lidt Saltsyre og derpaa med ren Alkohol. I Filtratet behøver man ikke at bortdampe Alkoholen; man kan mætte en Del af Saltsyren med Ammon og fælde med Vand. At det basiske Chlorvismut indeholder en meget ringe Mængde svovls. Vismutilte er uden Betydning, da deres Atomtal ere næsten de samme.

Adskillelse af Vismut og alle før Bly nævnte Stoffer

kan foretages ved at bestemme Vismut som basisk Chlorvismut. Dog kan denne Methode ikke godt anvendes til at skille Vismut fra Jerntveilte. Derfor anvendes her Svovlbrinte. Denne kan iøvrigt ogsaa anvendes til at skille Vismut fra alle før Cadmium nævnte Stoffer, dog vanskeligt fra Zink.

Kobber

bestemmes som Kobberilte, Kobberforsvovl eller metallisk Kobber.

1. Af Kobbertveilteopløsninger fældes Kobber gjerne med Natron. Man tilsætter et lille Overskud af Natron, og koger for at omdanne Hydratet til det sortebrune Ilte. Dette maa vaskes med varmt Vand og glødes. Da det er

meget hygroskopisk, maa man beskytte det mod Luftens Fugtighed ved at veje det i en Digel med tætsluttende Laag.

2. Den hyppigste Maade, hvorpaa Kobber udskilles af en Opløsning, er med Svovlbrinte. Opløsningen mættes fuldstændig med Svovlbrinte. Bundfaldet sætter sig let og er let at vaske. Man anvender til Vaskningen Svovlbrintevand, hvortil er sat lidt Saltsyre, og arbejder iøvrigt som ved Vaskning af Svovlmangan, for at Svovlkobberet ikke skal iltes til svovls. Kobberilte. Det udvaskede Bundfald kan behandles paa forskjellig Maade.

a. Man kan opløse Svovlkobberet i Salpetersyre (helst i en Flaske) og opvarme, til det udskilte Svovl er gult. Derpaa fortynder man med Vand og filtrerer. Begge disse Filtre (fra Cu S og fra S) tørres og brændes; efter Fradrag af Askemængden regnes Asken for Kobberilte. Opløsningen fældes med Natron efter 1.

b. Svovlkobberet tørres paa Filtret, dette skilles saa fuldstændigt som muligt fra Bundfaldet og glødes. Svovlkobberet bringes i samme Digel, blandes med pulverformet Svovl osv. (se Zink 2, c) til constant Vægt og vejes som Kobberforsvovl.

3. Findes Kobber i en svovls. Opløsning, kan det udfældes fuldstændigt ad galvanisk Vej, og da man altid kan uddrive tilstedeværende Saltsyre eller Salpetersyre med Svovlsyre, egner Methoden sig godt til Adskillelse af Kobber og Zink eller Nikkel. Indeholder en Legering Bly, er Filtratet fra det svovls. Blyilte, naar Vinaanden er kogt bort, netop en saadan Vædske, som man skal bruge. Man bringer Kobberopløsningen i en Platindigel, stiller denne paa et Platinblik, som er forbundet med Zinkpolen af 2 Bunsenske Led, og forener Kulpolen med en Platintraad, som gjennem et gjennemboret Uhrglas (der ligger over Diglen med den convexe

Side nedad) netop dyppes i Kobberopløsningen. Efter 3—4 Timer er alt Kobber udskilt som et fast Lag paa Diglen, men da der ved Platintraaden udvikles Ilt, finder der en lille Stænkning Sted, hvorfor Traaden tages op, og Uhrglasset afsprøjtes. Man lader Strømmen virke endnu en Time, hælder derpaa Vædsken ud, vasker Kobberet nogle Gange med Vand og tørrer det ved svag Varme i en Brintstrøm, som gjennem et gjennemhullet Laag ledes langt ned i Diglen. Man lader denne afkøles i Brintstrømmen og vejer.

Adskillelse af Kobber og Vismut

skeer ved at fælde Vismut som basisk Chlorvismut. Filtratet inddampes, og Kobberet fældes med Natron eller Svovlbrinte.

Adskillelse af Kobber og Bly.

Man udskiller Blyet med Svovlsyre og Vinaand, afdamper Vinaanden af Filtratet og fælder Kobber med Svovlbrinte (ikke gjerne med Natron).

Adskillelse af Kobber og Cadmium.

Man sætter Cyankalium til den saavidt muligt neutrale Opløsning, indtil de dannede Cyanmetaller igjen have opløst sig, fælder Cadmium med Svovlbrinte, sønderdeler Cyankaliumet i Filtratet med Salpetersyre og Saltsyre og fælder Kobberet med Natron.

Adskillelse af Kobber og alle før Cadmium nævnte Stoffer

skeer ved Hjælp af Svovlbrinte i en sur Opløsning. For Zinks Vedkommende maa Opløsningen være stærk saltsur eller endnu bedre svovlsur. Man kan i dette Tilfælde ogsaa gaae frem efter Kobber 3. Ved Tilstedeværelse af alkaliske

Jordarter foretrækker man at udskille disse først med Svovlsyre og i Filtratet bestemme Kobber som sædvanligt.

Sølv

bestemmes som Chlorsølv eller som metallisk Sølv.

1. Til den sure (helst salpetersure) Opløsning sættes svag Saltsyre, man opvarmer og rører godt om. Ere Alkalimetaller tilstede, maa Opløsningen være mere fortyndet end ellers, og man maa i intet Tilfælde anvende stærk Saltsyre til Fældningen. Bundfaldet sætter sig let. Naar al Vædsken er hældt paa Filtret, behandles det tilbageblivende Bundfald med varmt Vand og et Par Draaber Salpetersyre og bringes derpaa paa Filtret. Det tørrede Bundfald skilles saa fuldstændigt som muligt fra Filtret; dette brændes, Asken befugtes med en Draabe Salpetersyre og en Draabe Saltsyre, tørres og glødes. Derpaa bringes Chlorsølvet i samme Digel og smæltes ved svag Rødglødhede. Som Correction kan man gløde Chlorsølvet i en Strøm af tør Brint, hvorved det reduceres til metallisk Sølv. (Apparatet er det samme som i Zink 2, c). Paa denne Maade faaes det ogsaa let af Diglen, idet man opløser Sølvet i Salpetersyre. For at skille det smæltede Chlorsølv fra Diglen, bringer man et Par Zinkstrimler og svag Svovlsyre deri. Ogsaa herved reduceres Chlorsølvet til en porøs Sølvklump, som meget let løsner sig.

2. Man kan iøvrigt ogsaa fælde Sølvet fuldstændig med Svovlbrinte. Man lader Svovlsølvet sætte sig (ved nogle Timers Henstand; ellers gaaer det let igjennem Filtret), tørrer det udvaskede Bundfald, skiller det fra Filtret, brænder dette, bringer Svovlsølvet i samme Digel og reducerer det i en Strøm af tør Brint til metallisk Sølv.

Adskillelse af Sølv og Kobber
skeer med Saltsyre.

Adskillelse af Sølv og Vismut
skeer ligeledes med Saltsyre. Kun maa man sørge for, at der er tilstrækkelig Salpetersyre tilstede til at forhindre samtidig Udskillelse af basisk Chlorvismut. Man lader Bundfaldet sætte sig ved Henstand, filtrerer den klare Vædske fra, hælder svag Salpetersyre paa Bundfaldet, fortynder noget med Vand og bringer Bundfaldet paa Filtret; man vasker med Vand, hvortil man har sat lidt Salpetersyre, tilsidst med rent Vand. Filtratet mættes næsten med Ammon, derpaa fældes Vismutet med Vand.

Adskillelse af Sølv og Bly.

Uagtet Clorbly er saa tungtopløseligt, kan man dog skille Sølv og Bly fuldstændig med Saltsyre, naar man kun anvender varme, fortyndede Opløsninger og navnlig ikke tilsætter for stort et Overskud af Saltsyre, fordi Chlorbly er betydeligt tungere opløseligt heri end i Vand. Det er fordelagtigt at tilsætte noget eddikes. Natron eller eddikes. Ammon før Saltsyren, fordi Chlorblyet da langt lettere holdes opløst. Man vasker med kogende Vand. I Filtratet fældes Bly med Svovlbrinte (ikke med Svovlsyre: svovls. Blyilte er noget opløseligt i eddikes. Natron).

Adskillelse af Sølv og alle før Bly nævnte Stoffer skeer med Saltsyre. Til at adskille Sølv og alle før Cadmium nævnte Stoffer (undtagen Zink) kan dog ligesaa godt anvendes Svovlbrinte.

Kviksølv

bestemmes i Reglen som Kviksølvforchlor eller som Svovl-

kviksølv, undertiden directe. Det forudsættes, at Kviksølvet er tilstede som Tveiltesalt.

1. Den simpleste og bedste Maade, hvorpaa Kviksølv kan udskilles af en Opløsning, er i Form af Kviksølvchlorure ved Hjælp af Fosforsyrling. Opløsningen skal være fortyndet, sur og indeholde Saltsyre. Den kan iøvrigt ogsaa indeholde Salpetersyre, men maa da være noget mere fortyndet. Fosforsyrlingen faaes ved at lade Fosfor ligge nogle Timer halvt bedækket med Vand i en lille Skaal under en Klokke, hvortil Luften har Adgang — eller ved at gyde Fosforchlorure i meget Vand. Bundfaldet af Kviksølvchlorure fremkommer ikke strax, men ved at henstille Vædsken paa et varmt Sted (30—40°) fremskyndes dets Dannelse. Efter 24—48 Timer har det udskilt sig fuldstændig. Man vasker med varmt Vand, tørrer ved 100° og vejer paa et ved 100° tørret og vejet Filtrum.

2. Skal Kviksølv vejes som Svovlkviksølv (Hg S), maa der selvfølgelig ikke være Jerntveilte eller Chromsyre i Opløsningen. Indeholder den Salpetersyre, maa den i alt Fald fortyndes stærkt, men det er i saa Tilfælde sikkrest ikke at veje Svovlkviksølvet, men opløse det og bestemme Kviksølvet efter 1. Men det kan alligevel ofte være hensigtsmæssigt først at udskille det med Svovlbrinte som Svovlkviksølv. Bundfaldet iltes ikke ved Tørring. Skal det vejes som Svovlkviksølv, samles det paa et ved 100° tørret og vejet Filtrum og tørres ved samme Temperatur. Vil man bestemme Kviksølvet efter 1., bringes det endnu fugtige Bundfald tilligemed Filtret i et Glas, overhældes med svag Natron, og nu ledes en langsom Strøm af Chlor deri under svag Opvarmning. Saasnart Alt er opløst, findes alt Kviksølv i Opløsningen som Kviksølvchlorid. Man opvarmer

med Saltsyre, fortynder, filtrerer og behandler Filtratet efter 1.

Adskillelse af Kviksølv og Sølv.

1. Af et Amalgam kan Kviksølvet fuldstændig udjages ved Ophedning i en lille Porcellainsdigel under en godt trækkende Skorsten.

2. Findes Metallerne i en Opløsning, tilsættes Salpetersyre, derpaa fortynder man, tilsætter svag Saltsyre i saa ringe Overskud som muligt*) og lader Bundfaldet sætte sig. Derpaa filtreres den ovenstaaende Vædske. Det tilbageblivende Chlorsølv kan indeholde lidt basisk salpeters. Kviksølvilte. Det opvarmes derfor med lidt Salpetersyre og Saltsyre, man fortynder med Vand og filtrerer. I Filtratet kan Kviksølvet strax bestemmes med Fosforsyrling, efter at man har tilsat Saltsyre og fortyndet.

Adskillelse af Kviksølv og Kobber.

1. Man tilsætter Saltsyre, hvis Vædsken ikke i Forvejen indeholder denne Syre, og udskiller Kviksølvet med Fosforsyrling. I Filtratet fældes Kobber med Svovlbrinte.

2. I mange Tilfælde er det imidlertid nødvendigt, at udfælde begge Metaller med Svovlbrinte. Man behandler da Svovlmetallerne efter Kviksølv 2.

Adskillelse af Kviksølv og Vismut

foretages meget godt ved Hjælp af Fosforsyrling, naar kun Vædsken indeholder saa megen Saltsyre, at intet basisk Chlorvismut fældes. Man vasker først med Saltsyrevand, tilsidst med rent Vand. I Filtratet fældes Vismut med

---

[1]) Det maa erindres, at der i en Opløsning af salpeters. Kviksølvtveilte og salpeters. Sølvilte ikke fremkommer Bundfald med Saltsyre, før alt Kviksølv er omdannet til Chlorid.

Svovlbrinte (fordi det basiske Chlorvismut vilde indeholde Fosforsyre); Svovlvismutet opløses i Salpetersyre og fældes med kuls. Ammon.

Adskillelse af Kviksølv og Bly.

Man tilsætter svag Svovlsyre og derpaa $\frac{1}{6}$ Rumfang Vinaand. Man maa ogsaa tilsætte saameget Saltsyre, at alt Kviksølv kan omdannes til Chlorid (ellers dannes let gult basisk svovlsurt Kviksølvilte). Det svovls. Blyilte vaskes med svag Vinaand, hvortil er sat lidt svag Svovlsyre. I Filtratet fældes Kviksølv med Fosforsyrling.

Adskillelse af Kviksølv og Cadmium

skeer ved Fosforsyrling.

Adskillelse af Kviksølv og alle før Cadmium nævnte Stoffer

foretages ved Svovlbrinte i en sur Opløsning. Hvis Zink er tilstede foretrækkes Methoden med Fosforsyrling, men da der herved kommer Fosforsyre i Vædsken, maa man neutralisere Filtratet næsten med kuls. Natron, tilsætte eddikes. Natron og Eddikesyre og fælde Zink med Svovlbrinte.

Tin

bestemmes som Tinsyre, men bringes paa forskjellig Maade i denne Form.

Foreløbig bemærkes, at en Opløsning af Tinsyre ikke kan afdampes, naar den indeholder Saltsyre, fordi der da samtidig fordamper Tinchlorid.

1. Tinlegeringer kunne i Almindelighed, dog ikke altid, behandles med ikke for svag Salpetersyre, i Begyndelsen ved sædvanlig Temperatur, tilsidst i Varmen. Efter fuld-

stændig Iltning afdamper man i en Skaal til Tørhed (i Vandbad), befugter med et Par Draaber Salpetersyre, lader staae hen et Qvarter ved sædvanlig Temperatur, tilsætter Vand og bringer nu Tinsyren paa Filtret. Man vasker, til Vaskevandet ikke mere reagerer surt, tørrer Bundfaldet og skiller det omhyggelig fra Filtret. Dette forkulles ved lav Temperatur; man befugter de afkølede Kul med Salpetersyre, indtørrer forsigtigt og gløder. Tinsyren glødes, befugtes med Salpetersyre, tørres og glødes paa ny.

2. I alle Tilfælde kan Tin fældes af en sur Opløsning med Svovlbrinte. Man lader det Hele staae hen, løst tildækket, til den med Svovlbrinte mættede Opløsning næsten ikke mere lugter deraf, filtrerer, udvasker og tørrer. Derpaa skilles Bundfaldet omhyggelig fra Filtret, der brændes for sig som under 1. Nu bringes Svovltinnet i samme Digel, som lukkes med et Laag, og opvarmes svagt i længere Tid, derpaa ligeledes svagt i aaben Digel, til Svovlsyrlinglugten ikke mere mærkes. Nu gløder man stærkt, tilsidst under Tilsætning af lidt fast kuls. Ammon (til den kolde Masse) for at fjerne Spor af Svovlsyre.

Adskillelse af Tin og Kviksølv.

Kongevandsopløsningen overmættes med Ammon, derpaa tilsættes Svovlammonium; Kolben opvarmes svagt, tilproppes og stilles hen. Det udskilte Svovlkviksølv vaskes først med Svovlammonium-holdende, derpaa med rent Vand. Det kan vejes som Svovlkviksølv eller opløses (se Kviksølv 2). Af Filtratet fældes Tintvesvovlet med svag Svovlsyre og behandles som det under Tin 2. udskilte Svovltin.

Adskillelse af Tin og Sølv eller Kobber

skeer i Legeringer efter Tin 1. For Kobberets Vedkommende maa dog Massen opvarmes, til den begynder at

blive sort, og alligevel indeholder Tinsyren et, skjøndt ringe Spor af Kobberilte.

Adskillelse af Tin og Vismut

kan ikke skee med Salpetersyre. Legeringerne kunne ofte opløses i Kongevand, eller man kan behandle med Salpetersyre, afdampe til Tørhed i Vandbad, befugte med stærk Saltsyre og efter nogen Tids Forløb tilsætte Vand. Opløsningen behandles i begge Tilfælde efter Adskill. af Tin og Kviksølv, Svovlvismutet efter Vismut 3.

Adskillelse af Tin og Bly.

1. Den kan foretages med Salpetersyre, men det er meget vanskeligt at faae Tinsyren fri for et Spor af Blyilte.

2. Den fintdelte Legering smæltes med en Blanding af 3 Dele tørt kuls. Natron og 3—4 Dele Svovl i en Porcellainsdigel med Laag over en Lampe. Efter fuldstændig Smæltning og Afkøling bringes Diglen i et Glas med Vand, hvori alt Tin opløses som Svovltin-Svovlnatrium, medens Svovlbly bliver tilbage. Man vasker Svovlblyet med Svovlammoniumvand, tilsidst med Vand og vejer det som Svovlbly. Svovltinnet behandles som sædvanligt. Denne Methode benyttes ogsaa ved Analysen af Tinaske eller Tinsten samt ved de letsmæltelige Legeringer af Tin, Bly og Vismut.

Adskillelelse af Tin og Cadmium, Nikkel, Kobolt, Zink

skeer i Legeringer med Salpetersyre.

Adskillelse af Tin og alle før Zink nævnte Stoffer

skeer ved Svovlbrinte i en sur Opløsning.

Antimon

bestemmes som Antimonundersyre ($Sb\,O_4$) eller vejes som Svovlantimon, idet man da ved et særeget Forsøg bestemmer dettes Sammensætning.

I Almindelighed udskilles Antimon med Svovlbrinte af en sur Opløsning. Da denne skal være fortyndet, maa man i Almindelighed [1]) tilsætte Vinsyre, for at der ikke skal udskilles bas. Chlorantimon. Den med Svovlbrinte mættede Opløsning stilles hen, løst tildækket, til Svovlbrintelugten har tabt sig. Derpaa samles Bundfaldet paa et ved 100° tørret og vejet Filtrum. Man maa vaske længe, for at hvert Spor af Saltsyre kan blive udvasket; ellers kan ved den senere Behandling Chlorantimon forflygtiges. Man tørrer ved 100° og vejer. Svovlantimonet kan behandles paa forskjellig Maade.

1. Man tager det saa fuldstændig som muligt af Filtret, bringer det i en Porcellainsdigel med Laag, opvarmer det paa ny til 100° og vejer; derpaa opvarmes i længere Tid (for 1 Gram Svovlantimon 12—16 Timer) til 200°—230°. Herved gaaer alt Overskud af Svovl bort, og man faaer $Sb\,S_3$ tilbage. Heraf regner man sig til den Mængde $Sb\,S_3$, der findes i alt det paa Filtret vejede $Sb\,S_x$. Denne Methode er navnlig at anbefale for de svovlrige Bundfald, der faaes ved at fælde en Opløsning af Svovlantimon i Svovlammonium med svag Saltsyre.

2. Mindre svovlrige Bundfald kunne ogsaa behandles saaledes: En Del af det ved 100° tørrede og vejede Svovlantimon tages af Filtret og vejes i en rummelig Porcellainsdigel, befugtes heri med nogle Draaber Salpetersyre af Vf. 1.2 til 1.4, overgydes derpaa forsigtig med 8—12 Gange saa

---

[1]) Men ikke altid, se p. 57.

meget Salpetersyre af Vf. 1.52, idet Diglen saavidt muligt holdes bedækket af et Uhrglas, og opvarmes da efterhaanden i Vandbadet. Naar Indvirkningen er hørt op, sprøjtes Uhrglasset af; man afdamper til Tørhed og opheder Massen (Svovlsyre og Antimonsyre) lidt efter lidt. Tilsidst glødes stærkt til constant Vægt. Resten er $Sb\,O_4$. Heraf regner man sig atter til Antimonmængden i alt det paa Filtret vejede Svovlantimon.

3. Er man vis paa, at Antimonet findes som Antimonsyre i den Opløsning, hvoraf det fældes med Svovlbrinte, saa er det ved 100° tørrede Svovlantimon vandfrit, og man kan da bestemme Svovlmængden deri som Svovlsyre (se Svovlmetaller); men det af en Antimonilteopløsning dannede Svovlantimon blive ikke fuldstændig vandfrit ved 100°, og denne Methode giver derfor her mindre nøjagtige Resultater.

Adskillelse af Antimon og Tin

frembyder store Vanskeligheder. Den bedste Methode er følgende:

1. I en Skaal, bedækket med et Uhrglas, behandles den fintdelte Legering med Salpetersyre af Vf. 1.4; efter Iltning inddampes til Tørhed i Vandbad; derpaa opvarmer man noget stærkere. Man opbløder Massen med Natron og skyller det Hele over i en Sølvdigel, inddamper til Tørhed og smælter derpaa nogen Tid med et stort Overskud af Natronhydrat. Den afkølede Masse udblødes med og opløses derpaa i Vand, og det Hele skylles over i et større Glas. Herved udskilles Størstedelen al det antimonsure Natron, medens alt tins. Natron bliver i Opløsningen. Men da det antimons. Natron ikke er aldeles uopløseligt, tilsættes $\frac{1}{3}$ Rumfang Vinaand af Vf. 0.833, man rører om og lader staae hen. Man vasker først med en Blanding af lige

Rf. Vand og Vinaand af den nævnte Vf.[1]), derpaa med en Blanding af 1 Rf. Vinaand og 3 Rf. Vand[1]), indtil en Del af Vaskevandet, overmættet med svag Svovlsyre, ikke giver Bundfald med Svovlbrintevand, selv ved Henstand.

Af Filtratet uddrives Alkoholen, man overmætter med Saltsyre og fælder med Svovlbrinte. Tragten med det antimons. Natron anbringes i en Prop, der passer lufttæt i en Flaske, og opløses paa selve Filtret med en Blanding af svag Saltsyre og Vinsyre, Filtret vaskes med samme Blanding, og i Filtratet fældes Antimon med Svovlbrinte.

2. Hvis man maa fælde Tin og Antimon sammen med Svovlbrinte for at skille dem fra andre Stoffer, vejes Svovlmetallerne sammen paa et vejet Filtrum. Derpaa tages de saa fuldstændig som muligt af Filtret (dette tilligemed Resten af Svovlmetallerne vejes), man bringer dem i et Bægerglas, ilter med Salpetersyre af Vf. 1.22, inddamper til Tørhed, udbløder Massen med Natron, skyller over i en Sølvdigel og gaaer frem efter 1. Heraf regner man sig til Mængde af Tin og Antimon i hele Svovlbrintebundfaldet.

3. Maa man fælde Svovlmetallerne af deres Opløsning i Svovlammonium eller Svovlantimon med svage Syrer, saa vejer man det svovlrige Bundfald paa et vejet Filtrum, bringer derpaa Størstedelen over i en rummelig Porcellainsdigel og vejer den udtagne Mængde. Derpaa bedækkes Diglen med et gjennemhullet Laag, og ved Opvarmning til 200°—250° i en Brintstrøm (se Zink 2. c) fjerner man Overskud af Svovl. Nu ilter man med Salpetersyre i Diglen selv og gaaer frem efter 2.

Adskillelse af Antimon og Kviksølv.

Man opløser i stærk Saltsyre eller Kongevand i en Kolbe, overmætter med Ammon, tilsætter en tilstrækkelig

[1]) Hertil sættes en ganske ringe Mængde kuls. Natron.

Mængde gult Svovlammonium (hvori det ofte er hensigtsmæssigt at opløse noget Svovl) og lader staae hen ved svag Varme. Se iøvrigt Adskillelse af Tin og Kviksølv, og Antimon 1.

Adskillelse af Antimon og Sølv

skeer som Adskillelse af Tin og Bly 2.

Adskillelse af Antimon og Kobber

er ofte forbunden med Vanskeligheder. I en Legering kunne de skilles ved at opvarme den i en Chlorstrøm paa den Maade, som nedenfor skal beskrives under Svovlmetaller.

Adskillelse af Antimon og Vismut, Bly, Cadmium

skeer, hvis man kan faae Legeringen opløst, som Adskillelse af Antimon og Kviksølv, hvis ikke, som Adskillelse af Tin og Bly 2.

Adskillelse af Antimon og alle før Cadmium nævnte Stoffer

skeer ved Svovlbrinte i en sur Opløsning. Da denne skal være fortyndet, tilsætter man, naar kun Kobolt, Zink, Jern og Mangan ere tilstede, som sædvanligt Vinsyre; men i Filtratet fra Svovlantimon kunne de nævnte Stoffer da kun fældes med Svovlammonium. Ere Nikkel, Chrom, Aluminium, alkaliske Jordarter eller Alkalier tilstede, undgaaer man Tilsætning af Vinsyre, fordi den i høj Grad vilde vanskeliggjøre Bestemmelsen af disse Stoffer; man fælder da med Svovlbrinte; naar Størstedelen af Svovlantimonet er udskilt, tilsætter man Vand og tilleder paa ny Svovlbrinte. Men det uden Tilsætning af Vinsyre fældede Svovlantimon kan ikke vaskes frit for Saltsyre, hvilket dog er nødvendigt. Naar man ikke mere kan paavise Saltsyre i Filtratet, vasker man derfor med Vand, hvortil er sat noget Svovlbrinte og Vinsyre, og tilsidst med rent Vand.

Arsen

bestemmes som $As O_5, 2 Mg O, N H_4 O, H O$, naar det kan lade sig gjøre. Men i Reglen vil det være nødvendigt først at udskille Arsen som Svovlarsen.

1. For at Arsen skal fældes let og fuldstændigt med Svovlbrinte, maa Opløsningen være saltsur og indeholde Arsen som Arsensyrling. Indeholder den Arsensyre, opvarmer man forsigtig og tilsætter Svovlsyrlingvand i smaa Mængder, til Vædsken lugter deraf; derpaa uddrives al Svovlsyrling ved forsigtig Opvarmning. Denne Reduction er nødvendig, ikke blot fordi Arsensyrling fældes langt lettere end Arsensyre med Svovlbrinte, men ogsaa fordi en tilstrækkelig Mængde Arsensyre aldeles ikke kan skilles fra f. Ex. Zink ved Svovlbrinte: begge fældes sammen. Efter at have uddrevet Svovlsyrlingen mætter man med Svovlbrinte, og derpaa uddrives alt Overskud af Svovlbrinte ved jævn Opvarmning, bedst idet der samtidig ledes Kulsyre gjennem Vædsken. Ellers indeholder Filtratet ofte endnu et Spor af Arsen.

1. a. For at ilte Svovlarsenet til Arsensyre, sprøjtes det ned i et Bægerglas, og Filtret vaskes med meget svagt, varmt Natron; derpaa tilsættes Natron, til Alt er opløst, og gjennem den varme Opløsning ledes Chlor, til Vædsken afbleger Lakmus. Man udjager den frie Chlor ved Opvarmning, og den temmelig concentrerede Vædske overmættes stærkt med Ammon; man tilsætter $\frac{1}{4}$ Rumfang stærk Alkohol og derpaa en klar Blanding af svovls. Magnesia, Chlorammonium og Ammon. Derpaa lader man det Hele staae hen mindst 2 Dage under en Glasklokke, samler Bundfaldet paa et ved 100^0 tørret og vejet Filtrum, vasker med en Blanding af 4 Rf. Vand, 1 Rf. stærk Alkohol og ikke for lidt Ammon, tørrer ved 100^0 og vejer som $As O_5$, $2 Mg O, N H_4 O, H O$. Man kan iøvrigt ogsaa tørre ved lidt

over 100° (indtil 110°); men i saa Fald maa Filtret naturligvis være tørret ved samme Temperatur. Som Control kan man opløse Bundfaldet i svag Saltsyre, reducere med Svovlsyrling, fælde med Svovlbrinte og i Filtratet bestemme Magnesiamængden som pyrofosfors. M.

2. Af en Opløsning af Svovlarsen i Svovlammonium kan man fælde Svovlarsenet fuldstændigt ved Opvarmning med svag Saltsyre; men det er i dette Tilfælde bedst, efter Tilsætning af Saltsyre at opvarme Opløsningen under stadig Tilledning af Svovlbrinte, til Bundfaldet sætter sig godt. Derpaa fjernes Overskuddet af Svovlbrinte ved Opvarmning.

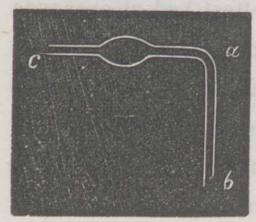
2. a. Dette Svovlarsen ilter man lettest ved at overgyde det endnu fugtige Bundfald med stærk Saltsyre, opvarme svagt paa Vandbad og tilsætte chlors. Kali i smaa Mængder. Derpaa inddamper man næsten til Tørhed og gaaer frem efter 1. a. Skulde der blive Svovl tilbage, kan dette indeholde Svovlarsen; det tørres derfor, smæltes med kuls. Kali-Natron og lidt Salpeter, Opløsningen overmættes med Saltsyre, og Arsenet fældes efter 1. a.

Adskillelse af Arsen og Antimon.

Findes de i en sur Opløsning, iltes de med Saltsyre og chlors. Kali til Syrer. Derpaa tilsættes Vinsyre, Chlorammonium i ikke for ringe Mængde og Ammon. I denne Opløsning fældes nu Arsen som arsens. Magnesia-Ammon. Filtratet overmættes med Saltsyre, og Antimonet fældes med Svovlbrinte. Det Vanskeligste er at passe den rette Mængde Chlorammonium. Er der for lidt, vil der nemlig ogsaa fældes noget antimons. Magnesia-Ammon. Derfor lader man heller ikke det arsens. Salt staae hen mere end 12 Timer, før man filtrerer. Paa den anden Side er det arsens. Salt noget opløseligt i et stort Overskud af Chlorammonium.

Adskillelse af Arsen og Tin frembyder mange Vanskeligheder. Bedst er det at bestemme dem hver i sin Portion, idet man afvejer 2.^{Gm} istedetfor 1.^{Gm} af Analysen.

Forekomme de i en Legering, fintdeles den omhyggeligt og smæltes med 10 Dele af en Blanding af kuls. Natron og Svovl (lige Dele). Se forresten Adskillelse af Tin og Bly 2. Af Svovlnatriumopløsningen udfældes Svovlmetallerne med svag Saltsyre (se Arsen 2.) (ikke Svovlsyre), samles paa et ved 100° tørret og vejet Filtrum og vejes. Derpaa bringes omtrent Halvdelen af Bundfaldet i et Kuglerør som



hosstaaende [1]). Man vejer Røret, bringer en Del af Bundfaldet deri og vejer igjen. a b sættes med en Prop fast i et Kugleapparat (se Svovlmetaller) med Ammon, hvori b dypper. Gjennem c ledes en Strøm af Svovlbrinte (tørret med Chlorcalcium, ikke med Svovlsyre). Naar Apparatet er fyldt med Svovlbrinte, varmes Kuglen, først meget svagt, siden stærkere. Herved fordampe Svovl og Svovlarsen, som med en lille Lampe fjernes saa langt som muligt fra Kuglen. Tilsidst drives alt Sublimeret over i ab. Svovlarsenet og Svovlet opløses i Svovlammoniet; for at faae Sublimatet i ab med, skilles Røret ab fra Kuglen ved et Filstrøg i a og stilles i Natron; herved opløses Alt let, og denne Opløsning forenes med Svovlammoniumopløsningen. Det Hele overmættes med Saltsyre, og uden at skille Bundfald fra Vædsken tilsætter man chlors. Kali i smaa Mængder under svag Opvarmning. Af Opløsningen fældes Arsenet som Magnesiasalt. Af den fundne Mængde regner man sig den hele.

[1]) ab skal være omtrent 1 Cm. vidt.

— En anden Del af de oprindelige Svovlmetaller bringes i en Porcellainsdigel og opvarmes i en Strøm af tør Svovlbrinte i det Apparat, som er beskrevet under Zink 2. c. Herved fordamper alt Svovlarsen og en Del Svovl. Resten iltes til Tinsyre efter Tin 2. Af den fundne Mængde regner man sig til den hele.

Foreligge Metallerne i Form af Ilter, kunne disse umiddelbart opvarmes i Kuglerøret i en Svovlbrintestrøm og blandede med Svovl behandles i Porcellainsdiglen med Svovlbrinte.

Adskillelse af Arsen, Antimon og Tin.

En Legering af disse 3 Metaller behandles ganske som en Legering af Antimon og Tin. Af det vinaandige Filtrat (arsens. og tins. Natron) behøver man ikke at fjerne Vinaanden; man overmætter med Saltsyre; herved udskilles et fyldigt arsens. Tintveilte. Man filtrerer paa et vejet Filtrum og behandler Bundfaldet efter Adskillelse af Arsen og Tin. Den Mængde Arsen (Arsensyre), der endnu kan være i Filtratet, gjør man bedst i at fælde med Svovlbrinte og bestemme særskilt.

Adskillelse af Arsen og Kviksølv, Sølv, Kobber, Vismut, Bly, Cadmium

skeer i Reglen bedst ved at smælte Forbindelsen eller den findelte Legering med 6 Dele af en Blanding lige Dele tørt kuls. Natron og Svovl (se Adskillelse af Tin og Bly 2.). Filtratet overmættes med Saltsyre og iltes, uden Hensyn til Bundfaldet, med chlors. Kali. For Kviksølvets Vedkommende, gaaer man frem efter Adskillelse af Antimon og Kviksølv, men ogsaa her bestemmes Arsenet som Magnesiasalt. For Bly se ogsaa nedenfor under Adsk. af Arsen fra Baryum osv.

Forekomme disse Stoffer i Legeringer, ilter man ikke saa gjerne med Salpetersyre, bedre med Saltsyre og chlors.

Kali. Arsensyrlingen er nemlig tungtopløselig i Salpetersyre og standser derfor Indvirkningen. Desuden reduceres Arsensyre lettere med Svovlsyrling, naar der ikke er Saltpetersyre i Vædsken.

Adskillelse af Arsen og Nikkel, Kobolt, Zink, Mangan, Jern, Chrom eller Aluminium skeer med Svovlbrinte i en sur Opløsning.

Adskillelse af Arsen og Calcium, Strontium, Baryum.

Indeholder Forbindelsen Arsensyre, opløser man i Saltsyre, tilsætter Svovlsyre, fortynder med Vand (eller med Vand og Vinaand) og har da i Bundfaldet de svovls. alkaliske Jordarter (og Blyilte), i Opløsningen Arsensyren, der bestemmes som Magnesiasalt. Er Arsenet tilstede som Arsensyrling, behandles den fintdelte Analyse med Salpetersyre, man inddamper i Vandbad til Tørhed, behandler endnu engang med Salpetersyre, inddamper og gløder svagt. Derpaa behandles Resten, som naar Analysen indeholder Arsensyre. Arsensyrling er nemlig uopløselig i Vinaand.

Adskillelse af Arsen og Magnium, Natrium, Kalium skeer ved Svovlbrinte i en sur Opløsning.

Guld

se techniske Methoder.

Svovl.

Her skal kun omtales dets Bestemmelse i Svovlmetaller og i svovlsure Salte.

Svovlsyre

bestemmes som svovls. Baryt. Man fælder med Chlorbaryum, ikke med salpeters. Baryt, fordi den svovls. Baryt

har stor Tilbøjelighed til at drage salpetersur Baryt ned med sig. Findes der større Mængder Salpetersyre i Vædsken, indeholder den svovls. Baryt, som hidrører fra en Svovlsyrebestemmelse, altid salpeters. Baryt, selv efter den omhyggeligste Udvaskning. Efter Glødning befugtes den derfor med lidt kuls. Ammon, tørres, glødes paa ny og behandles med svag Saltsyre, vaskes med Vand, glødes og vejes. Om de Forsigtighedsregler, man iøvrigt maa iagttage ved Fældningen og Filtreringen af den svovlsure Baryt, se Baryum.

Paa denne Maade skilles Svovlsyren fra alle Baser, hvormed den danner Salte, der opløses af Vand eller Saltsyre. Af Filtratet fjernes da det tilsatte Overskud af Baryt med svag Svovlsyre, og i Filtratet herfra bestemmes de øvrige Stoffer. Det maa erindres, at, hvis man skal skille Svovlsyre fra Alkalierne, og nu fjerner Overskuddet af Baryt med svag Svovlsyre, saa indeholder denne sidste svovlsure Baryt altid svovls. Alkali, som det ikke er muligt at fjerne ved Udvaskning. Jo mere fortyndet imidlertid Vædsken er, desto mindre faaer denne Fejl at sige.

Bestemmelse af Svovlsyren i uopløselige eller tungtopløselige svovlsure Salte.

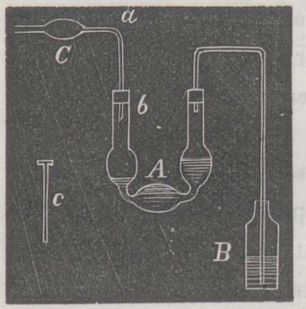
Her vil navnlig være Tale om Adskillelse af Svovlsyre og Baryum, Strontium, Calcium og Bly. Med Hensyn til de 3 Første gaaer man frem efter Adskillelse af Strontium og Baryum 2., idet man erindrer helst at anvende kulsurt Kali til Smæltningen.

For at adskille Svovlsyre fra Bly, er det tilstrækkeligt at digerere det fint pulveriserede svovls. Blyilte med en Opløsning af tvekulsurt Kali ved almindelig Temperatur i 24 Timer under flittig Omrøring.

Svovlmetaller.

Svovlet iltes til Svovlsyre og fældes som svovls. Baryt. Iltningen kan udføres paa forskjellig Maade.

1. med luftformig Chlor. For at faae en langsom og stadig Chlorstrøm, anvender man Kogsalt, Brunsten og Svovlsyre i de bekjendte Forhold. Svovlmetallet anbringes



i et Kuglerør C, som forenes med et Apparat, som A, der indeholder Vand. Flasken B indeholder svovls. Jernforilte. Naar hele Apparatet er fyldt med Chlor, begynder man at varme, man varmer hele Tiden ganske svagt. Der dannes Chlorsvovl, som efterhaanden i A iltes til Svovlsyre. Samtidig med Chlorsvovlet fordampe de flygtige Chlormetaller, og med Lampen drives de saavidt muligt ned i A. En ringe Mængde bliver dog i Almindelighed siddende i ab. Dette Rør skæres derfor over ved a, og med en Glasstang som c lukkes ab. Hyppigt opløses alt Svovl som Svovlsyre i A; men undertiden bliver en ringe Mængde tilbage som frit Svovl i en blød Modification. Man varmer derfor A for at omdanne dette Svovl til den faste Modification, bringer derpaa A's Indhold over i en Skaal, uddriver Chloret ved svag Varme, filtrerer Svovlet paa et vejet Filtrum, tørrer det ved 60° og vejer det. I Filtratet bestemmes Svovlsyren paa sædvanlig Maade, og i Filtratet fra den svovlsure Baryt de flygtige Chlormetaller.

Hvis Svovlmetallet indeholder Antimon, bør A indeholde en svag Opløsning af Vinsyre og Saltsyre. Den svovls. Baryt indeholder da vins. Baryt, efter Glødningen maa den derfor vaskes med svag Saltsyre og glødes paany. I Filtratet

fra den svovls. Baryt fældes Overskud af Baryt med svag Svovlsyre, og i Filtratet herfra Antimonet med Svovlbrinte. Er der meget Antimon tilstede, bør man ikke tage for stor en Del Svovlmetal i Arbejde.

Indeholder Svovlmetallet Kviksølv, vil dette findes mellem de flygtige Chlormetaller, og man erindrer, at Kviksølv kan bestemmes med Fosforsyrling selv ved Tilstedeværelse af Vinsyre.

Methoden er bedst for saadanne sammensatte Svovlmetaller, hvis Metaller fældes af Svovlbrinte i en sur Opløsning. Er Svovlantimon eller Svovlarsen derimod hovedsagelig forbundet med Svovljern eller Svovlzink, benyttes helst Methoden 2. Denne anvendes ligeledes ved saadanne enkelte Svovlmetaller, som have en basisk Charakter, og desuden ved saadanne Forbindelser som Mispickel, hvorimod Behandlingen med luftformig Chlor foretrækkes ved Svovlmetaller, som have en sur Charakter (As S_3 osv.).

2. Med chlorsurt Kali og Saltsyre. Den bedste Maade (fordi den ogsaa kan anvendes, naar Svovlmetallet udvikler Svovlbrinte med Saltsyre) at udføre denne Iltning paa, er at blande det fint pulveriserede Svovlmetal forsigtigt med fintpulveriseret chlors. Kali, bringe Blandingen i en rummelig Kolbe, i hvis Hals sættes en Tragt, og nu draabevis tilsætte stærk Saltsyre. Man lader det Hele staae hen 24 Timer ved almindelig Temperatur; derpaa varmer man svagt (30°—40°), fortynder med Vand og opvarmer, til alt chlors. Kali er destrueret (ellers indeholder den svovls. Baryt chlors. Baryt, som er ligesaa vanskelig at fjerne som salpeters. Baryt). Paa denne Maade iltes i Almindelighed alt Svovl.

3. Med Salpetersyre. Man befugter Svovlmetallet i en rummelig Kolbe med stærk Salpetersyre; derpaa sættes en Tragt i Kolbens Hals, og nu tildryppes rygende Salpetersyre,

tilsidst varmer man, tilsætter en stor Mængde Vand, frafiltrerer mulig udskilt (gult) Svovl og vejer det, og fælder nu Filtratet med Chlorbaryum. Den svovls. Baryt indeholder salpeters. Baryt; om dens Behandling se Svovlsyre og Baryum.

4. Med Salpeter og kulsurt Natron. Naar Svovlmetallet ikke taber Svovl ved Opvarmning, blandes det med 3 Dele tørt kuls. Natron og 3 Dele tørt Salpeter; taber det Svovl ved Opvarmning, med 4 Dele kuls. Natron, 8 Dele Salpeter og 16 Dele fuldkommen tørt Chlornatrium. I begge Tilfælde bør Blandingen skee saa omhyggeligt som muligt ved Hjælp af en i Enden afrundet Glasstang, som siden renses med kuls. Natron. Man smælter i en Porcellainsdigel, idet man lader Varmen stige langsomt til fuldstændig Smæltning; efter Afkøling udtrækker man med varmt Vand, bestemmer i Filtratet Svovlet som svovls. Baryt (se Svovlsyre og Baryum) og i Resten de øvrige Bestanddele, der her kunne findes som Metal, som Ilte eller som kuls. Salt.

I Reglen vil man for at adskille Svovl og Kobber, Cadmium, Nikkel, Kobolt, Zink, Mangan og Jern benytte Methode 2.; for Bly 4.; for Vismut 3. (Vismutet fældes med kuls. Ammon, Filtratet gjøres surt med Saltsyre, og Svovlsyren fældes med Chlorbaryum); for Sølv 3. (mørk Rødgylden efterlader ved Glødning i Brint en Legering af Antimon og Sølv, lys Rødgylden metallisk Sølv); for Kviksølv og Tin 1.; for Arsen og Antimon 1. (se ogsaa 1. Slutningen). Men da jo hyppigt flere Svovlmetaller kunne forekomme sammen, maae disse almindelige Regler naturligvis ofte modificeres.

Fosfor.

Her skal kun omtales Bestemmelsen af den almindelige (3-basiske) Fosforsyre. Denne vejes som pyrofosfors. Mag-

nesia eller som fosfors. Urantveilte eller i Forbindelse med en bekjendt Mængde Jerntveilte.

1. Man gaaer frem ganske som ved Bestemmelsen af Magnesia som pyrofosfors. Magnesia, idet man tilsætter en klar Blanding af svovls. Magnesia, Chlorammonium og Ammon (se iøvrigt Magnium).

2. Har man en salts. eller salpeters. Opløsning, afdamper man Størstedelen af den frie Syre, overmætter med Ammon, opløser Bundfaldet i Eddikesyre, tilsætter eddikes. Urantveilte og derpaa 3—4 Draaber Chloroform, ryster godt og bringer det Hele i Kog. Herved fældes al Fosforsyre som fosfors. Urantveilte-Ammon. Naar Bundfaldet har sat sig, decanteres Vædsken gjennem et Filtrum, man behandler Resten med kogende Vand, decanterer paa ny osv. Bundfaldet tørres og skilles fra Filtret, som glødes for sig; Bundfaldet bringes derpaa i samme Digel, man gløder, befugter den afkølede Masse med Salpetersyre, indtørrer, gløder paa ny og vejer Fosforsyren som $P O_5 . 2 U_2 O_3$.

3. Man opløser en bestemt Vægt Claverstrænge i Kongevand, afdamper Størstedelen af den frie Syre og sætter den noget fortyndede Opløsning til den salts. eller salpeters. Opløsning af det fosfors. Salt. Derpaa neutraliseres næsten med kuls. Natron, man tilsætter en ikke for ringe Mængde eddikes. Natron og koger. Herved fældes alt Jerntveilte, dels som basisk eddikes., dels som basisk fosfors. Salt, og dette Bundfald indeholder al Fosforsyren. Man filtrerer den varme Vædske, vasker med varmt Vand og noget eddikes. Ammon og skiller det tørrede Bundfald fra Filtret, som glødes for sig. Bundfaldet bringes i samme Digel, glødes, befugtes med Salpetersyre, indtørres og glødes paa ny. Hvad dette Bundfald vejer mere end den til det afvejede Jern svarende Mængde $Fe_2 O_3$ er $P O_5$.

Adskillelse af Fosforsyre og Svovlsyre skeer ved Chlorbaryum i en sur Opløsning.

Adskillelse af Fosforsyre og Arsen, Antimon, Tin, Kviksølv, Sølv, Kobber, Vismut, Bly eller Cadmium

skeer med Svovlbrinte i en sur Opløsning. For Blyets Vedkommende foretrækkes dog i Almindelighed Behandling med Svovlsyre og Vinaand, for Sølvets Vedkommende Fældning med Saltsyre.

Adskillelse af Fosforsyre og Jern.

Fosfors. Jerntveilte sønderdeles fuldstændigt ved Smæltning med et Overskud af kuls. Kali-Natron. I det vandige Udtræk findes al Fosforsyren. Det overmættes med Saltsyre, og Fosforsyren bestemmes efter 1. Det tilbageblevne Jerntveilte indeholder Alkali, det maa derfor opløses i Saltsyre og fældes med Ammon. Har man altsaa Fosforsyre og Jerntveilte i en Opløsning, kan man fælde al eller en Del af Fosforsyren (efter den tilstedeværende Jernmængde), idet man gaaer frem efter Fosforsyre 3. Bundfaldet smæltes med kuls. Kali-Natron, og forsaavidt ikke al Fosforsyren er fældet, forenes Filtratet fra Jerntveiltet med Filtratet fra det fosfors. Jerntveilte, og Fosforsyren bestemmes efter 1.

Adskillelse af Fosforsyre og Magnium

kan skee paa forskjellige Maader:

1. Man kan overmætte den sure Opløsning med Ammon efter Tilsætning af Chlorammonium og behandle Bundfaldet efter Fosforsyre 1. Findes der et Overskud af Fosforsyre bestemmes det i Filtratet efter samme Methode. Er der et Overskud af Magnesia, fældes dette i Filtratet som fosfors. Magnesia-Ammon. Heraf beregnes baade Fosforsyre- og Magnesiamængden.

2. Man kan gaae frem efter Fosforsyre 2. og i Filtratet udskille Urantveiltet med kuls. Baryt (se Adskillelse af Chrom og Magnium).

3. Man kan udskille Fosforsyre med Jerntveilte efter Fosforsyre 3.

Adskillelse af Fosforsyre og Calcium, Strontium, Baryum.

1. Man gaaer frem efter Fosforsyre 2. og kan i Filtratet bestemme de alkaliske Jordarter med Svovlsyre eller med Svovlsyre og Vinaand.

2. Man fælder i den sure Opløsning Calcium, Strontium og Baryum med Svovlsyre eller Svovlsyre og Vinaand og i Filtratet Fosforsyren som Magnesiasalt efter at have afdampet Vinaanden. Navnlig for Kalkens Vedkommende er det vigtigt, at den oprindelige Vædske ikke er for sur.

Adskillelse af Fosforsyre og Natrium eller Kalium kan skee ved at fælde Fosforsyren som Magnesiasalt eller udskille den med Jerntveilte (her bruges da eddikes. Ammon istedetfor eddikes. Natron).

Chlor.

Her skal kun omtales Bestemmelsen af Chlorbrinte. Den vejes som Chlorsølv, idet man nøjagtigt følger den ved Sølv beskrevne Fremgangsmaade.

Ikke sjeldent er det dog nødvendigt først at udskille et eller andet Metal ved Svovlbrinte. For da at sønderdele Svovlbrinten i Filtratet, tilsættes svovle. Jerntveilte, som ilter Svovlbrinten til Svovl. Dette filtreres fra, og i Filtratet fældes Chlorbrinten paa sædvanlig Maade. Paa Grund af det svovls. Sølviltes Tungtopløselighed maa man her vaske længe med kogende Vand.

I mange Tilfælde maa Overskuddet af Sølv i Filtratet fra Chlorsølvet fjernes med Saltsyre, før man kan bestemme de øvrige Stoffer.

De vigtigste Metaller, som maa fjernes med Svovlbrinte, før Chlorbrinten bestemmes, ere Tin og Kviksølv. For at faae Svovltinnet ($Sn S_2$) til at sætte sig hurtigere, tilsættes før Fældningen lidt svag Svovlsyre.

Bestemmelse af Chlor i uopløselige eller tungtopløselige Chlormetaller.

De basiske Salte kunne i Reglen opløses i Salpetersyre ved almindelig Temperatur, og Chlorbrinten bestemmes som sædvanligt.

Chlorsølv kan smæltes med 2 Dele kuls. Kali-Natron i en Porcellainsdigel. Herved reduceres Sølvet fuldstændigt, og i det vandige Udtræk bestemmes Chlorbrinten som sædvanligt.

Kviksølvchlorure digereres med en Opløsning af rent Natron. Filtratet gjøres surt med Salpetersyre, og Chlorbrinten bestemmes som sædvanligt.

Chlorbly digereres med tvekuls. Natron ved almindelig Temperatur.

Adskillelse af Chlorbrinte og Svovlsyre eller Fosforsyre

skeer ved salpeters. Sølvilte i en salpeters. Opløsning.

Brom og Jod

bestemmes i opløselige Bromider og Jodider som Bromsølv og Jodsølv, idet man navnlig for Jodets Vedkommende først tilsætter Sølvopløsningen og derpaa Salpetersyren, men forøvrigt behandler Bundfaldene ganske som Chlorsølv. Filtrene brændes for sig, Asken glødes bedst i en tør Chlorstrøm (om Apparatet, se Zink 2. c), og af Chlorsølvmængden regner

man sig til Brom eller Jod. Brom- eller Jodsølvet opvarmes forsigtigt til Smæltning, men ikke videre. Forekommer et af disse Stoffer sammen med Chlor, kan man anvende indirecte Analyse. Man vejer f. Ex. Chlorsølv og Bromsølv sammen (a) og omdanner derpaa i en tør Chlorstrøm det Hele til Chlorsølv (b), som vejes. Man har da:

$$Cl : Cl\,Ag : x : x_1 \quad Cl : Cl\,Ag : x : x_2 \quad (x_2 = x_1)$$
$$Br : Br\,Ag : y : y_1 \quad Br : Cl\,Ag : y : y_2$$

$x_1 + y_1 = a$ (den fundne Mængde Chlor- + Bromsølv)

$x_1 + y_2 = b$ (den fundne Mængde Chlorsølv)

$$y_1 - y_2 = a - b = \frac{Br - Cl}{Br} y.$$

Ganske paa samme Maade bestemmes Chlor og Jod sammen. Endelig kunne ogsaa Brom og Jod sammen bestemmes paa denne Maade. Her har man:

$$Br : Br\,Ag : x : x_1 \quad Br : Cl\,Ag : x : x_2$$
$$J : J\,Ag : y : y_1 \quad J : Cl\,Ag : y : y_2, \text{ og}$$

$x_1 + y_1 = a$ (den vejede Mængde Brom- + Jodsølv)

$x_2 + y_2 = b$ (den vejede Mængde Chlorsølv).

Fluor.

Den directe Bestemmelse frembyder meget hyppigt betydelige Vanskeligheder. Meget ofte nøjes man derfor med at bestemme Metallerne og deraf regne sig til Fluormængden. Man sønderdeler da Fluoridet med stærk Svovlsyre i en rummelig Platindigel eller -skaal ved svag Varme, indtil de udviklede Dampe ikke længere ædse Glas. I de svovls. Salte bestemmes Metallerne da som sædvanligt. Den saa hyppigt forekommende Apatit sønderdeles paa denne Maade. Den tilbageblivende Masse behandles med Vinaand som opløser Fosforsyren, medens den svovls. Kalk bliver uopløst. Denne vaskes med Vinaand paa 60%; til Filtratet sættes

Vand, Vinaanden udjages ved svag Opvarmning, og Fosforsyren bestemmes som fosfors. Magnesia-Ammon. I mange Tilfælde er det bedst at opløse Forbindelsen i Saltsyre (i Platinskaal), før man behandler med Svovlsyre.

Silicium

bestemmes som Kiselsyre. Her skal kun omtales Behandlingen af Silicater.

1. Naar Silicatet kan sønderdeles af Saltsyre, bringes den afvejede Mængde af det fint pulveriserede og tørrede [1]) Silicat i en Porcellainsskaal og udrøres med lidt Vand til en ensformig Dejg ved Hjælp af en afrundet Glasstang. Derpaa tilsættes ved de Silicater, der give en geleeagtig Kiselsyre, jævnt stærk, ved dem, der give pulverformet Kiselsyre, stærk Saltsyre; man opvarmer dernæst paa Vandbadet under stadig Omrøring til fuldstændig Tørhed. Efter Afkøling befugtes hele Massen med stærk Saltsyre, og man lader staae hen et Qvarter til $\frac{1}{2}$ Time. Derpaa tilsættes kogende Vand, og hvis man endnu kan høre Korn skrige under Glasstangen, tilsættes noget mere Saltsyre, og man inddamper paa ny under stadig Omrøring til Tørhed. Man befugter paa ny med Saltsyre, lader staae hen, tilsætter kogende Vand, lader den udskilte Kiselsyre sætte sig og filtrerer. Den udvaskede Kiselsyre tørres fuldstændigt, skilles fra Filtret (som brændes for sig) og glødes i en lukket Platindigel. Efter Vejningen glødes paa ny og vejes, idet Kiselsyren er meget hygroskopisk.

Den vejede Kiselsyre bør dernæst prøves paa sin Renhed. Dette skeer ved at tilsætte Vand, derpaa Saltsyre og

[1]) Selv naar Silicater indeholde Vand, tabe de i Reglen intet af dette ved 100° og kunne derfor tørres ved denne Temperatur. Vandet bestemmes ved Glødning, men det glødede Silicat bør ikke anvendes til Analysen af de øvrige Bestanddele.

Flussyre. Man opvarmer til henimod Kogning, tilsætter Svovlsyre og afdamper derpaa forsigtig til Tørhed. Tilsidst glødes. Undertiden er det godt at gjentage Behandlingen. Resten vejes, opløses i Saltsyre og sættes til Filtratet fra Kiselsyren.

I Filtratet fra Kiselsyren bestemmes de øvrige Stoffer paa bekjendt Maade.

2. Hvis Silicatet ikke sønderdeles af Saltsyre, smæltes det fintpulveriserede og tørrede Silicat med 3—4 Dele kuls. Natron (se Indledningen 5.) eller med ligesaa meget af en Blanding af lige Æqv. kuls. Kali og kuls. Natron. Efter at Massen er saavidt muligt løsnet fra Diglen, bliver dog gjerne lidt siddende. Derfor bringer man hele Diglen med det Fastsiddende under Vand (med Bunden opad, men saaledes, at den fyldes helt med Vand). Hvad der endnu kan blive siddende, faaes let af med lidt Saltsyre. Selve den løsnede Kage bringes i en Skaal og overgydes med 20—30 Dele Vand, og man lader det Hele staae hen paa et varmt Sted. Efter derpaa at have tilsat Vaskevandet fra Diglen, sættes Saltsyre til i smaa Mængder, idet Skaalen saavidt muligt holdes dækket af et stort Uhrglas med den convexe Side nedad (Kulsyreudviklingen). Efter at Opbrusningen er forbi, henstilles Skaalen paa et varmt Sted. Man tilsætter lidt mere Saltsyre, afdamper til Tørhed i Vandbad og gaaer frem efter 1.

3. I et Silicat, der er behandlet efter 2., kan man ikke bestemme Alkalier. Findes derfor Alkalier i Silicatet, maa dette, naar disse skulle bestemmes, sønderdeles paa en anden Maade. Dette skeer enten med Flussyre eller med Fluorammonium (eller rettere Fluorbrinte-Fluorammonium).

a. Man overgyder det fintdelte Silicat i en Platinskaal med ikke for stærk Saltsyre — eller endnu bedre, man

befugter det med Vand, tilsætter Saltsyre og derpaa omtrent halv saa meget ikke for stærk Flussyre. Derpaa opvarmer man, dog ikke til Kogning og tilsætter derpaa forsigtig og i smaa Mængder stærk Svovlsyre. Efterhaanden afdamper man til Tørhed og tilsidst til ganske svag Glødhede. Resten befugtes efter Afkøling med stærk Saltsyre, man lader staae hen, og ved Tilsætning af Vand opløses derpaa det Hele. I Opløsningen skilles Alkalierne fra de øvrige Stoffer paa bekjendt Maade.

b. Man blander det fintdelte Silicat i en Platinskaal med mindst 7 Dele Fluorbrinte-Fluorammonium, tilsætter ganske lidt Vand, saa at det Hele danner en Grød og indtørrer denne fuldstændigt ved ganske svag Varme. Derpaa opheder man efterhaanden til mørk Rødglødhede, og til der ikke længere udvikles Dampe. Resten behandles med Svovlsyre, som forjages ved Opvarmning. Hvis den nu tilbageblivende Rest ikke opløses fuldstændigt i Vand og Saltsyre, har Sønderdelingen ikke været fuldstændig, og Resten behandles derfor paa ny paa samme Maade. (Her er ikke taget Hensyn til de sjeldne barytholdende Silicater). Iøvrigt adskilles i Opløsningen Alkalier og de øvrige Stoffer som sædvanligt.

Kulstof.

Bestemmelsen af Kul i exploderende Blandinger vil findes mellem de techniske Analyser. Her skal kun omtales Bestemmelsen af Kulsyre.

De kuls. Salte af Alkalimetallerne og de alkaliske Jordarters Metaller tabe ikke deres Kulsyre ved Glødning, idetmindste langtfra ikke fuldstændig. Dog kan kuls. Kalk ved et Qvarters Glødning for Gasblæselampen bringes til at tabe al Kulsyre.

Næsten alle andre kuls. Salte tabe derimod al Kulsyre ved Glødning. Det kuls. Cadmiumilte er dog i saa Henseende ualmindelig bestandigt.

Endel kuls. Salte optage ved Glødningen Ilt samtidig med at de afgive Kulsyre. Saaledes bliver kuls. Manganilte til Manganmellemilte, kuls. Koboltilte til et blandet Ilte af vexlende Sammensætning.

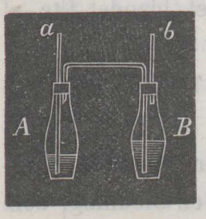
1. Heraf følger, at man i mange Tilfælde kan bestemme Kulsyren som Glødningstab, men da de kuls. Salte hyppig indeholde Vand, som ogsaa gaaer bort ved Glødningen, maa man udføre 2 Bestemmelser, en Glødning, som giver Kulsyre + Vand = a, og en Vandbestemmelse. Denne kan hyppig udføres ved at opvarme en afvejet Mængde af Stoffet i et kort Forbrændingsrør (mellem Kul eller i Gasovnen), idet man leder en Strøm af tør atmosfærisk Luft derover og opsamler Vandet i et vejet Chlorcalciumsrør. Dettes Vægtforøgelse (b) er da Vandmængden, og naar man til begge Bestemmelser har anvendt ligemeget Stof, er Kulsyremængden a — b.

Er det kuls. Salt kuls. Manganilte, vil a paa Grund af Manganforiltets Iltning ikke angive Vægten af Kulsyre + Vand. Denne er nemlig a — x, hvor x, naar c er den tilbageblivende Mængde Mn_3O_4, findes af Ligningen $Mn_3O_4 : O = c : x$.

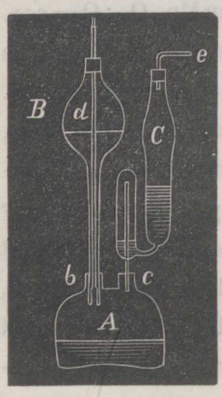
2. Denne Methode lader sig imidlertid ikke anvende ved de kuls. Salte af Alkalierne og de alkaliske Jordarter. Her kan man derfor i en Platindigel smælte 2—7 Gram rent, smæltet Borax og efter Afkølingen bestemme Vægten. Derpaa tilsættes det kuls. Salt, man vejer paa ny, opvarmer langsomt til Smæltning og holder Massen smæltet omtrent et Qvarter. Naar man nu igjen vejer den afkølede Digel, er Vægttabet Kulsyre eller, saafremt Forbindelsen indeholdt Vand, Kulsyre + Vand. Her indtræder ingen højere Ilt-

ning. Men indeholder Stoffet Vand, maa man for at finde Kulsyren, bestemme Vandmængden, hvilket undertiden lader sig gjøre efter 1., eller man maa bestemme Kulsyren efter 3.

3. Til Bestemmelse af Kulsyren i kuls. Alkalier kan benyttes hosstaaende Apparat. B er næsten halv fuld af stærk Svovlsyre. I A bringes det afvejede kuls. Salt og Vand. Derpaa sættes det Hele sammen; a lukkes med en Stump Kautschukrør og en lille Glasstang. Man vejer det Hele. Derpaa fortynder man Luften i A ved at suge nogle Luftbobler ud af B, idet man ved b anbringer et Stykke Kautschukrør. Der gaaer da lidt Svovlsyre tilbage i A, og den udviklede Kulsyre tørres ved at passere gjennem B. Naar Udviklingen ophører, suges paa ny; tilsidst bringer man en større Mængde Svovlsyre til at stige tilbage, for at fremkalde en Opvarmning af Vædsken i A. Endelig suges atmosfærisk Luft gjennem Apparatet (idet Proppen ved a tages ud), og det Vægttab, man finder ved at veje hele Apparatet paa ny, er Kulsyremængden.



Men er det kuls. alkaliske Jordarter, der analyseres, kan dette Apparat ikke bruges paa Grund af de svovls. Saltes Uopløselighed. Man bruger da et andet. I A er lufttæt indslebet B og C (i b og c). I den nederste Ende af B er lufttæt indslebet Røret d, der foroven lukkes med en lille Prop. I C anbringes stærk Svovlsyre, i B svag Salt- eller Salpetersyre, i A det kuls. Salt med eller uden Vand. Naar man løfter Røret d lidt, flyder lidt Syre ned, og den udviklede Kulsyre maa passere C



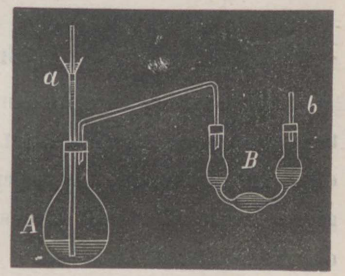
(altsaa Svovlsyren). Tilsidst kan man varme A svagt; derpaa tages Proppen af d, og ved med et Kautschukrør at suge ved c fylder man Apparatet med atmosfærisk Luft. Kulsyren bestemmes ligesom i det foregaaende Apparat som Tab.

Om Kulsyrens Bestemmelse ved Titrering se Titrermethoder.

Kvælstof.

Her omtales kun Bestemmelsen af Ammoniak.

Af alle Ammonsalte kan Ammoniaken uddrives fuldstændig ved Kogning med Natron, og denne Fremgangsmaade benyttes derfor næsten altid. I enkelte Tilfælde kan Glødning med Natronkalk (se techniske Analyser) være at foretrække.



I A anbringes det vejede Stof, i B svag Saltsyre, Røret b er udtrukket i en Spids (men aabent). Gjennem Tragten a hældes ikke for svag Natron, og a lukkes (bedst ved en ganske tynd Glasstang, overtrukken med et Stykke Kautschukrør). Nu varmer man A forsigtig, bedst over en aaben Flamme. B, der efter Sønderdelingen indeholder al Ammoniak som Chlorammonium, tømmes i en Skaal og vaskes med Vand, saalænge dette reagerer surt. Ammoniaken kan nu bestemmes paa forskjellig Maade.

1. Man inddamper Opløsningen betydeligt, tilsætter en Opløsning af Platinchlorid og afdamper i Vandbad næsten til Tørhed, overgyder Resten med ikke for lidt Vinaand paa 90%, bringer Bundfaldet ($NH_4Cl.PtCl_2$) paa et ved 100° tørret og vejet Filtrum, vasker med en Blanding af 5 Dele Alkohol og 1 Del Æther, til den gjennemløbende Vædske

er ufarvet, tørrer ved 100° og vejer. Som Control kan man indvikle Bundfaldet i Filtret, opvarme dette meget langsomt til Glødhede i en lukket Digel, derpaa bortgløde alt Kul og veje Platinet (1 Atom Platin = 1 Atom Ammoniak). Er der kun Tale om smaa Mængder, bruges alene den sidste Fremgangsmaade.

2. Man afdamper Vædsken til Tørhed i Vandbadet, tilsætter Vand, afdamper paa ny og gjentager dette, til Vædsken er fuldstændig neutral. Derpaa bestemmes Chlormængden ved Titrering (se Titrermethoder; 1 At. NO_5 Ag O = 1 At. NH_3) eller ved at veje det med salpeters. Sølvilte udskilte Chlorsølv (1 At. Ag Cl = 1 At. NH_3). Ved smaa Mængder bruges alene den sidste Fremgangsmaade.

Brint.

Her omtales kun Bestemmelsen af Vand. Denne foretages enten ved at finde det Vægttab, Stoffet lider ved en eller anden Temperatur, eller ved ligefrem at veje det afgivne Vand, eller ved at bestemme alle andre Bestanddele og regne Tabet for Vand.

1. Taaler Stoffet Glødhede uden at lide anden Forandring end Vandtab, opvarmes det langsomt til Glødning i en lukket Digel, afkøles i Exsiccatoren og vejes; disse Operationer gjentages til constant Vægt. Ved Silicater maa man ofte give den stærkest mulige Rødglødhede.

2. Optager Stoffet Ilt under Glødningen, hidrører dette gjerne fra en enkelt Bestanddel (Fe O, Mn O), og man kan da ofte efter den fundne Mængde af denne regne sig til den Vægtforøgelse, Stoffet har lidt, og lægge denne til Vandets Vægt. Finder man f. Ex. i 1 Gm. Vægttabet = a og i 1 Gm. Jernforiltemængden = b, da giver Ligningen 2 Fe O : O = b : x den Vægt, man maa lægge til a for at finde Vandmængden.

Men det er ikke altid, man kan være vis paa, at alt det iltelige Stof er iltet, eller at det har antaget en bestemt Iltningsgrad. I saa Fald er det bedre at bestemme Vandmængden directe (se Kulsyre 1.).

3. Taber Stoffet ved Glødningen Andet end Vand, kan Vandet ofte bestemmes ved fra Vægttabet at drage den i en anden Del af Stoffet fundne Mængde af de andre flygtige Bestanddele (Kulsyre, Ammonsalte). Ofte kan man tilsætte en vejet Mængde af et Stof, der tilbageholder den anden flygtige Bestanddel; saaledes taber svovls. Lerjord ved Glødning Svovlsyre, men ikke, naar det er blandet og bedækket med 4—6 Dele nylig glødet Blyilte.

II.

Titreranalyse.

I Vægtanalysen tilsættes altid et Overskud af Fældningsmidlet, og det udskilte Bundfald udvaskes, tørres (glødes) og vejes. I Titreranalysen anvendes derimod Fældningsmidlet i en Opløsning af nøjagtig bekjendt Styrke, og man tilsætter den netop nødvendige Mængde deraf, idet man lader det flyde til af nøjagtigt inddelte Rør og ved let iøjnefaldende Fænomener kjender, at den rette Mængde er tilsat. Heraf beregner man da umiddelbart Vægten af det Stof, der skal bestemmes. De Fænomener, der angive, at den rigtige Mængde af Prøvemidlet er tilsat, ere Farveforandringer af Bundfald eller Vædske, eller at et Bundfald ophører eller begynder at danne sig. Titreranalysen beroer iøvrigt paa meget forskjellige Principer (Mætning af Syrer med Baser eller omvendt, Dobbeltdecomposition af neutrale Salte, Iltnings- eller Reductionsfænomener).

Man har to Hovedgrupper af Titrermethoder, directe Methoder og Restmethoder. De første beroe paa, at Prøvemidlet tilsættes netop i den rette Mængde; ved de sidste tilsættes vel en bekjendt Mængde deraf, men mere end nødvendigt, og ved en anden (directe) Titrermethode bestemmer man Overskuddets Størrelse.

De til Titrering nødvendige Kar ere dels saadanne, hvori man tilbereder Opløsninger af Prøvemidlerne af en bestemt Styrke, dels saadanne, hvoraf man kan lade en bestemt Mængde af disse Opløsninger flyde ud. De Første ere Kolber, der til et bestemt Mærke rumme 1 Liter (1000 Cubikcentimetre), 500 Ccm., 300 Ccm., 250 Ccm., 200 Ccm., 100 Ccm. De sidste ere enten saadanne, som kun tjene til at lade een bestemt Mængde Vædske flyde ud (Pipetter), eller saadanne, hvoraf man kan lade en hvilkensomhelst bekjendt Vædskemængde flyde ud (Buretter). Kolber og Pipetter have derfor kun et Mærke, Buretter ere inddelte i Cubikcentimetre og Underafdelinger deraf.

Buretterne kunne være af forskjellig Art. Gay-Lussac's B. har Form som Fig. 1. Den staaer lodret paa en lille

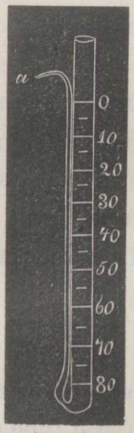


Fig. 1.


Fig. 2.

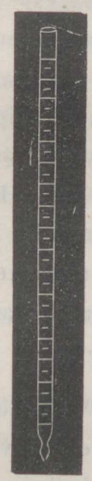


Fig. 3.


Fig. 4.

drejet Træfod. Spidsen a er dannet saaledes, at man ved at hælde Buretten efter Behag kan lade Vædsken flyde ud draabevis eller i sammenhængende Straale. Det Samme opnaaes ved Sallerons Burette (Fig. 2) ved en Glasstang der forneden

er indsleben i Buretten, og som man (paa Grund af en lille Skruegang i Proppen) ved at dreje Haandtaget b kan hæve og sænke næsten umærkeligt. Mohr anvender i samme Hensigt ved sin, almindeligst brugte B. (Fig. 3) en Klemhane forneden, der sammentrykker et Kautschukrør, men ved et let Tryk med Pege- eller Tommelfingeren kan aabnes meer eller mindre. Mohrs B. er navnlig nøjagtig, fordi der deri kan anbringes »den Erdmannske Svømmer«, et sammensmeltet Glasrør, der er ganske lidt smallere end Burettens Indre, og som er ballastet med en Smule Kviksølv. En horizontal Streg gaaer rundt om Svømmeren, og da denne nøjagtig følger Vædskens Synken, aflæser man ikke Vædskens virkelige Højde, (der ofte paa Grund af Haarrørsvirkningen og Øjets Stilling kan være noget usikker), men Svømmerens Kreds, hvis forreste og bageste Halvdel for Øjet skal danne en ret Linie. Har man ingen Svømmer, aflæses sikkrest den nederste Rand af den mørke Meniscus (Fig. 4).

Inddelte Kolber, Pipetter og Buretter forekomme i Handelen, men maae først prøves. En Litrekolbe skal, fyldt til Mærket, rumme 1000 Gm. destilleret Vand paa 4^0. Men det er en vanskelig Ting at udføre denne Prøve. Da imidlertid (naar Rumfanget r er udtrykt i Cubikcentimetre, Vægten v i Grammer) Vægtfylden

$$vf = \frac{v}{r} \text{ eller } v = r.\ vf,$$

kan man tage 16^0 som en almindelig og let overkommelig Temp., og da Vandets Vf. var 16^0 er 0.998981, skal 1000 Ccm. Vand (altsaa Litrekolbens Indhold) ved denne Temp. veje 1000×0.998981 eller 999 Gm. Halvlitren skal rumme $499^{Gm}.5$ osv. I saa Fald ere Kolberne gode. Dog er en Fejl af $0^{Gm}.1$ ved Litren, af $0^{Gm}.07$ ved Halvlitren, $0^{Gm}.05$ ved Qvartlitren uden Betydning, thi saa meget differere Vejningerne for samme Kolbe.

Pipetter prøves paa samme Maade, nemlig ved at fylde dem med destilleret Vand, og holde dem frit i Haanden, lade Vandet løbe ud og veje det. En P. paa 50 Ccm. skal ved 16° rumme $49^{Gm}.95$, en P. paa 10 Ccm. $9^{Gm}.99$ osv., men for de første ere Differenser indtil $0^{Gm}.04$, for de sidste til $0.^{Gm}01$ tilladelige. Buretter prøves ved at lade 10 og 10 Ccm. destilleret Vand ved 16° flyde ud og veje dem. Hver 10 Ccm. skal veje $9^{Gm}.99$, ved B. uden Svømmer er Fejlgrændsen for 10 Ccm. $0^{Gm}.01$, med Svømmer kan man opnaae en langt større Nøjagtighed.

Den Styrke, man giver Opløsningerne af Prøvemidlerne, er vilkaarlig, naar den kun er nøje bestemt, men i de fleste Tilfælde sparer det megen Regning, at anvende Opløsninger, hvis Styrke staaer i et simpelt Forhold til Prøvemidlets Æqvivalenttal. Ved en normal Opløsning forstaaes en saadan, der indeholder 1 Æqvivalent (H = I) af Prøvemidlet i Grammer paa 1 Litre, ved $\frac{1}{10}$ normal en Opløsning, der paa 1000 Ccm. indeholder 1 Æqvivalent i Decigrammer. Da saaledes Svovlsyrens (SO^3 HO) Æqvivalent er 49, er normal Svovlsyre en saadan, hvoraf 1 Litre indeholder 49 Gm. Svovlsyrehydrat, $\frac{1}{10}$ normal Svovlsyre indeholder $4^{Gm}.9$ Svovlsyrehydrat paa 1 Litre. Hvorledes disse Opløsninger tilberedes, findes anført ved de enkelte Methoder.

I. Titrermethoder, der beroe paa Syrers Mætning med Baser eller omvendt.

Normal Svovlsyre fremstilles ved til omtr. 1020 Ccm. Vand at sætte omtr. 60 Gm. concentreret Svovlsyre, blande det Hele godt og lade Blandingen afkøles. Deraf afmaales med Mohrs Burette 2 Gange 20 Ccm. og ved Fældning med Chlorbaryum og Vejning bestemmes Svovlsyremængden

i begge Portioner. Stemme Analyserne godt, beregnes af Middeltallet, hvormeget SO_3 1000 Ccm. af Vædsken indeholde. Af normal Svovlsyre skal 1000 Ccm. indeholde 40 Gm. SO_3. Antaget, at man har fundet 40 + a Gm., giver Ligningen 40 : 1000 = 40 + a : x, at 1000 Ccm. af Vædsken skulle fyldes op til 1000 + 25 a Ccm., for at denne Svovlsyre skal blive normal.

Normal Saltsyre skal paa 1000 Ccm. indeholde $36^{Gm}.46$ H Cl. Man blander 900 Ccm. Vand med 180 Ccm. ren Saltsyre af Vf. 1. 12, og bestemmer ligeledes 2 Gange Saltsyremængden i 20 Ccm. som Chlorsølv. Indeholder 1000 Ccm. af Vædsken 36.46 + a Gm. H Cl, skal der tilsættes 27.43 a Ccm. Vand, for at Syren skal blive normal.

Normal Oxalsyre indeholder paa 1000 Ccm. 45 Gm. C_2O_3HO. Man fremstiller Syren af Sukker og Salpetersyre, omkrystalliserer den gjentagne Gange, tørrer den ved 100°, afvejer nøjagtigt 45 Gm., som bringes i Litreflasken og opløses Vand; efter fuldstændig Opløsning og Henstand, fyldes Flasken med Vand til Mærket, og Vædsken opbevares, beskyttet mod directe Sollys.

Normal Natronlud er en saadan, hvoraf et vist Rumfang nøjagtig mætter et lige Rumfang af Normalsyrerne. Man fortynder nylig tilberedt, kulsyrefri Natronlud, til 10 Ccm. Normalsyre omtrent behøves 9—9,5 Ccm. Natron for at mættes. Derpaa afmaaler man 30 Ccm. Syre, som farves svagt, men tydelig rødt med Lakmostinctur, og lader af en Mohrsk Burette Natronlud flyde til, inden Vædsken netop antager en blaa Farve. Forsøget gjentages. Forbruges hertil 30—a Ccm. Natronlud, skal man for hver 30—a Ccm. tilføje a Ccm. Vand for at gjøre Natronluden normal. Denne opbevares i en Flaske, i hvis Kautschuk-

prop man anbringer et Rør, fyldt med Stykker af Natronkalk, for at udelukke Luftens Kulsyre[1]).

Normal Salpetersyre. Henved 180 Ccm. ren Salpetersyre af Vf. 1.208 blandes med 900 Ccm. Vand. 30 Ccm. af denne Vædske titreres som ovenfor med normal Natronlud, og Forsøget gjentages. Antaget, at de 30 Ccm. Syre have forbrugt 30 + a Ccm. Natron til Mætning, skal der for hver 30 Ccm. tilsættes a Ccm. Vand, for at Syren skal blive normal ɔ: for at 1000 Ccm. deraf skal indeholde 54 Gm. vandfri Syre.

Ved Hjælp af disse Vædsker kan nu en Mængde Titreranalyser foretages. Med normal Natron kan Syrers Styrke bestemmes (Acidimetri), idet man afvejer en vis Mængde af Syren, fortynder den, gjør den tydelig rød med Lakmos og titrerer med Natron. Da 1 Æqv. Natron svarer til 1 Æqv. Syre, vil hver Ccm. Natron svare til $\frac{1}{1000}$ Æqv. Syre, og naar man har fundet, at a Gram af Syren mættes af b Ccm. Natron, vil man finde Syreprocenterne (x) af Ligningen

$$a : b \frac{1}{1000} \text{Æqv.}^{2)} = 100 : x; \; x = \frac{b \text{ Æqv.}}{10 \text{ a}}$$

Gjør man altsaa a = $\frac{1}{10}$ Æqv., bliver x = b, eller de forbrugte Ccm. normal Natron angive ligefrem Syreprocenterne.

Med normal Svovlsyre kan man ganske paa samme Maade bestemme Procentmængden af Alkali i en Kali- eller Natronlud. Men da disse sædvanlig ere kulsyreholdende, kan man enten tilsætte Svovlsyre til den violette Nuance

---

[1]) Om en hensigtsmæssig Maade til at fylde Buretten uden Indvirkning af Luftens Kulsyre, se Mohr: Lehrbuch der Titrirmethoden 2 Aufl. p. 111.

[2]) Syrens Æqvivalenttal.

fremkommer, som Kulsyre meddeler Lakmos, derpaa opvarme, til Vædsken igjen er bleven blaa, tilsætte Syre til Vædsken er violet, opvarme, til Vædsken atter bliver blaa, og gjentage disse Operationer, til en tilsat Syredraabe farver Vædsken tydelig rød — eller man kan efter den første Opvarmning tilsætte et Overskud af Syre, koge nogle Minutter og derpaa tilsætte normal Natron til blaa Reaction. De brugte Ccm. Natron drages da ved den sidste (Rest-) Methode fra de anvendte Ccm. Syre. Ogsaa her give de (virkelig) forbrugte Ccm. Syre ligefrem Procent K O og Na O, naar man af en Kalilud har afvejet $4^{Gm}.71$ $\frac{1}{10}$ K O), af en Natronlud $3^{Gm}.100$ ($\frac{1}{10}$ Na O). Paa ganske tilsvarende Maade bestemmes Kali eller Natronmængden i kulsure Alkalier. Alle disse Bestemmelser sammenfattes under Navnet Alkalimetri.

De alkaliske Jordarter og deres kulsure Salte kunne titreres med normal Salpetersyre. Til Opløsning af de kulsure Salte maa man nødvendig anvende et Overskud af Syre og titrere tilbage med Natron.

Heraf fremgaaer, at ogsaa Kulsyren i de kuls. Alkalier kan bestemmes ved Titrering. De neutrale kuls. Salte fældes nemlig med Chlorbaryum eller Chlorcalcium, det udvaskede Bundfald tilligemed Filtret bringes i en Flaske, man tilsætter lidt Lakmosopløsning, opløser den kuls. Baryt eller Kalk med normal Salpetersyre, opvarmer, til al Kulsyren er fjernet, og titrerer tilbage med normal Natron. Tvekuls. Salte fældes med en klar Blanding af Chlorbaryum og Ammon og behandles iøvrigt paa samme Maade.

Ogsaa Svovlsyre i svovls. Alkalier kan bestemmes ad denne Vei, men hertil behøves en

Normal Chlorbaryumopløsning. Denne dannes ved at opløse $122^{Gm}.0$ rent, kryst. Chlorbaryum i Vand og fylde

op til en Litre. Den prøves ved 2 Gange at fælde 20 Ccm. deraf med kuls. Ammon og titrere det udvaskede Bundfald med normal Salpetersyre (Restmethode). Til 20 Ccm. normalt Chlorbaryum skal bruges 20 Ccm. norm. Salpetersyre. Forbruges 20 + a Ccm., skal der for hver 20 Ccm. af Chlorbaryumopl. tilsættes a Ccm. Vand.

For nu at bestemme Svovlsyren i et svovls. Alkali, gjøres Opløsningen sur med Saltsyre, der tilsættes et Overskud af normal Chlorbaryum og derpaa uden Filtrering kuls. Ammon. Det udvaskede Bundfald behandles under Opvarmning med normal Salpetersyre. Naar Kulsyren er forjaget, tilsættes Lakmos og titreres tilbage med normal Natron. Differensen mellem den tilsatte Chlorbaryum og den til Opløsning af den kuls. Baryt forbrugte Salpetersyre angiver, hvormange Ccm. normal Svovlsyre, der findes i Saltet, og heraf beregnes da Svovlsyremængden let. Afvejes 4 Gm. ($\frac{1}{10}$ SO_3) af Saltet eller Opløsningen, giver den nævnte Differens i Ccm. ligefrem Procent SO_3.

2. Titrermethoder, der beroe paa Dobbeltdecomposition af neutrale Salte.

De vigtigste af disse ere de, ved hvilke Sølv bestemmes med en Chlornatriumopløsning og Chlor i Chlormetaller med en Sølvopløsning. Hertil benyttes en $\frac{1}{10}$ normal Kogsaltopløsning og en $\frac{1}{10}$ normal Opløsning af salpeters. Sølvilte.

$\frac{1}{10}$ normal Chlornatriumopløsning dannes ved at opløse $5^{Gm}.846$ grovt pulveriseret ved 300° tørret Stensalt (der forekommer chemisk rent i Naturen) i Vand og fylde Opløsningen op til en Litre. Som Control bestemmes Chlormængden ved Vægtanalyse 2 Gange i 20 Ccm. af Opløsningen. 20 Ccm. skal give $0^{Gm}.287$ Ag Cl.

$\frac{1}{10}$ normal Sølvopløsning dannes simplest ved at opløse omtrent 17^{Gm}.2 chemisk rent, smeltet salpetersurt Sølv i Vand og fylde op til 1 Litre. Derpaa afmaales 2 Gange 30 Ccm. af Kogsaltopløsningen; man tilsætter 3—4 Draaber af en ved sædvanlig Temp. mættet Opløsning af neutralt chroms. Kali og lader nu Sølvopløsningen flyde til af en i Tiendedele af Ccm. inddelt Burette, under stadig Omrøring, indtil der netop fremkommer en stadig rødlig Farvenuance, som antyder, at der begynder at danne sig chromsurt Sølvilte. Viser det sig nu, at man til 30 Ccm. Kogsaltopløsning kun behøver 30—a Ccm. Sølvopløsning, skal der for hver 30—a Ccm. Sølvopløsning tilsættes a Vand, for at den skal blive $\frac{1}{10}$ normal. Den prøves derpaa igjen paa samme Maade og skal da svare nøjagtig til Kogsaltopløsningen.

Med denne Sølvopløsning kan man nu bestemme Chlormængden i neutrale Opløsninger af en Mængde Chlormetaller; man kan benytte den til indirecte Bestemmelse af Blandinger af Chlorkalium og Chlornatrium (se Natrium), til Ammoniak- og Kvælstofbestemmelse (se Kvælstof og Analyse af konstig Gødning); idet man bestandig gaaer frem som angivet ved Dannelsen af $\frac{1}{10}$ normal salpeters. Sølvopløsning.

For at bestemme Sølvmængden i en Opløsning, der ikke indeholder Stoffer, som fældes af chroms. Kali, neutraliserer man den med chlorfrit kuls. Natron (et lille Overskud af dette er uden Betydning), tilsættes nogle Draaber neutralt chroms. Kali og derpaa $\frac{1}{10}$ norm. Chlornatriumopløsning, til det chroms. Sølvs Farve er forsvunden. Men hertil behøves i Alm. et Overskud af Chlornatrium. Man tilsætter derfor $\frac{1}{10}$ normal Sølvopløsning, til Farven netop paany fremkommer, og Differensen mellem Kogsalt-

og Sølvopløsningen giver da den til Analysens Sølvmængde svarende Mængde Chlornatrium. Afvejes $1^{Gm}.0797$ af Analysen, give de virkelig forbrugte Ccm. Kogsaltopløsning ligefrem, hvormange Procent Sølv Analysen indeholder.

Ved kobberholdige Sølvlegeringer, som saa hyppigt forekomme, kan det chroms. Sølvilte ikke bruges som Indicator. Man kan derfor afveje $1^{Gm}.0797$ af Legeringen, opløse i Salpetersyre i en Flaske (med indsleben Prop), udblæse de røde Dampe, fortynde til henved 250 Ccm. og derpaa tilsætte $\frac{1}{10}$ normal Kogsaltopløsning, saalænge man kan see, der kommer Bundfald. Ved stærk Rystning bliver Vædsken klar, og man prøver nu med 0.5 Ccm. af Gangen, om der bundfaldes Mere, idet man for hver Tilsætning ryster, til Vædsken bliver klar. Naar den sidst tilsatte halve Ccm. Kogsaltopløsning ikke giver, medens den foregaaende gav Bundfald, regnes den sidste naturligvis ikke med, og den næstsidste kun for 0.25 Ccm. Da de forbrugte Ccm. Kogsaltopløsning give hele Procent Sølv, kan Fejlen ikke blive over 0.25 $^0/_0$. Endnu nøjagtigere bliver Resultatet, naar man istedetfor at gaae frem med halve Ccm., til Slutningen kun tilsætter Kogsaltopløsningen draabevis og ryster godt om for hver Draabe. Er Buretten inddelt i Tiendele af 1 Ccm., kan man aflæse Tyvendedele, og Fejlen fremkommer da først i Procenternes 2den Decimal.

Til Bedømmelse af Cyanbrintens Styrke benyttes med stor Fordel den $\frac{1}{10}$ normale Sølvopløsning. En afvejet Mængde af Cyanbrinten gjøres tydelig alkalisk med Kalilud; derpaa tilsættes Sølvopløsningen. Det først fremkomne Bundfald forsvinder ved Omrystning, idet der dannes Cyansølv-Cyankalium:

$$2\,KCy + AgONO_5 = AgCy, KCy + KONO_5,$$

men paa et vist Punct bliver Bundfaldet varigt, idet

$$AgCy, KCy + AgONO_5 = 2\,AgCy + KONO.$$

Som man seer, indtræder dette, naar man overskrider $\frac{1}{2}$ Æqv. $AgONO_5$ paa 1 Æqv. Cyanbrinte. I det Øjeblik der da fremkommer et varigt Bundfald, aflæser man Buretten. Da 1 Æqv. $AgONO_5$ svarer til 2 Æqv. HCy (2 $\times$ 27), har man, naar a er den afvejede Mængde Cyanbrinte, b de forbrugte Ccm. $\frac{1}{10}$ Sølvopløsning, de i Vædsken indeholdte Procent HCy af Ligningen:

$$a : \frac{b}{10000} \times 2 \times 27 = 100 : x, \text{ og } x = \frac{27\,b}{50\,a}.$$

Afvejes altsaa $0^{Gm}.54$ Cyanbrinte, give Ccm. af Sølvopløsningen ligefrem Procent CyH, afvejes $5^{Gm}.4$ Cyanbrinte, svarer hver Ccm. Sølvopløsning til $\frac{1}{10}$ Pc. Cyanbrinte.

Til denne Art af Analyse hører ogsaa Fosforsyrens Bestemmelse ved eddikesurt Uranilte. Denne Titreringsmethode beroer paa, at eddikes. Uranilte af eddikes. Opløsninger af fosfors. Salte udskiller al Fosforsyre som fosfors. Uranilte eller, naar større Mængder Ammonsalte ere tilstede, som fosfors. Uranilte-Ammon. Hvornaar man har tilsat nok eddikes. Uranilte prøves med gult Cyanjernkalium, der med opløselige Uraniltesalte giver et rødbrunt, uopløseligt Dobbeltsalt, men ikke paavirker det fosfors. Uranilte.

Man behøver hertil:

1° en sur Opløsning af eddikes. Natron, som dannes ved at opløse 100 Gm. eddikesurt Natron i 900 Ccm. Vand og med stærk Eddikesyre fylde op til 1 Litre;

2° en Opløsning af fosfors. Natron, som i 50 Ccm. indeholder $0^{Gm}.100\ PO_5$. Man opløser hertil omtrent 12 Gm. krystalliseret fosforsurt Natron i 1 Litre Vand, bestemmer Fosforsyren deri ved Vægtanalyse og fortynder den til den angivne Styrke. Finder man, at der i 50—a

Ccm. findes $0^{Gm}.100\ PO_5$, skal der for hver 50—a Ccm. tilsættes a Ccm. Vand;

3° en Opløsning af eddikes. Uranilte, som dannes ved at opløse omtr. 33 Gm. eddikes. Uranilte i en Litre Vand og fortynde, til den svarer til Opløsningen af det fosfors. Natron, saaledes at 1 Ccm. Uranopløsning = 2,5 Ccm. fosfors. Natron = $0^{Gm}.005\ PO_5$. Man afmaaler derfor 50 Ccm. fosfors. Natron, tilsætter 5 Ccm. af det eddikes. Natron, opvarmer i Vandbadet, og lader nu Uranopløsningen flyde til i smaa Mængder, tilsidst ½ Ccm. af Gangen; til Slutningen prøves efter hver Tilsætning, om der er tilsat et Overskud af Uranopløsningen. Man anbringer nemlig paa en Porcellainstallerken flere Draaber svagt gult Cyanjernkalium, og bringer med en tynd Glasstang en Draabe af Bægerglassets Indhold i Midten af en Draabe Blodludsalt. Ved det mindste Overskud af Uranopløsning dannes en rødligbrun Plet. Naar dette indtræder, opvarmes nogle Minuter i Vandbadet og Prøven gjentages. Giver den nu samme Resultat, er Forsøget endt. Bruger man 20—a Ccm. Uranopløsning, tilsættes for hver 20—a Ccm. a Ccm. Vand. Fosforsyrebestemmelser med den saaledes dannede Opløsning udføres ganske paa samme Maade, og man maa navnlig bestandig træffe den samme Farvetone og arbejde under saavidt muligt samme Forhold. Regningen er yderst simpel, da hver Ccm. Uranopløsning giver $0.005\ PO_5$. Methoden kan anvendes ved Opløsninger af fri Fosforsyre, af fosfors. Alkalier og fosfors. alkaliske Jordarter (disse opløses først i den mindst mulige Mængde Eddikesyre), men ikke, naar Lerjord eller Jerntveilte ere tilstede. Meget hensigtsmæssigt er det til Slutningen at gaae frem med 2 Ccm. ad Gangen, hvorved erholdes et foreløbigt Resultat, der dels letter den følgende,

nøjagtige Analyse, dels tillader at udføre den hurtigere og paalideligere.

3. Titrermethoder, der beroe paa en Iltning eller Reduction.

En af de vigtigste af disse er den, der beroer paa det svovlundersyrlede Natrons Virkning paa Jod: $2\,(NaOS_2O_2) + J = NaJ + NaOS_4O_5$ (tetrathionsurt Natron). Da kun frit Jod, men ikke Jodmetaller, farver Stivelse blaa, vil man altsaa kunne titrere frit Jod med svovlundersyrlet Natron, og Reactionens Slutning kjendes paa, at den blaa Jodstivelse forsvinder. Omvendt vil man kunne tritrere svovlundersyrlet Natron og andre letiltelige Stoffer med Jod, hvor da den blaa Jodstivelses Dannelse er Kjendetegn paa, at Reactionen er forbi. Man vil her behøve en $\frac{1}{10}$ normal Jodopløsning, en tilsvarende Opløsning af svovlundersyrlet Natron og en Stivelseopløsning.

$\frac{1}{10}$ normal Jodopløsning. Jodet renses ved Sublimation med rent Jodkalium. Man afvejer $12^{Gm}.7$ rent Jod paa et Uhrglas eller paa den p. 5 n. angivne Maade, bringer det i en Litreflaske og tilsættes derpaa omtr. 18 Gm. Jodkalium og lidt koldt Vand. Herved opløses det Hele meget let, og nu først tilsættes Vand til Mærket. Opløsningen opbevares i næsten fulde Flasker paa 3—400 Ccm. og med indsleben Prop.

$\frac{2}{10}$ normalt svovlundersyrlet Natron. Da der medgaaer 2 Æqv. af dette Salt til at omdanne 1 Æqv. Jod til Jodnatrium, maa Opløsningen være $\frac{2}{10}$ normal, naar 1 Ccm. deraf skal svare til 1 Ccm. af Jodopløsningen. Har man chemisk rent svovlundersyrlet Natron ($NaOS_2O_2 + 5\,HO = 124$), afvejes altsaa $24^{Gm}.8$ Salt til 1 Litre. Tør man ikke stole paa Saltets Renhed, er det lettest at

afveje noget mere, sætte noget Stivelseopløsning til 20 Ccm. af Saltopløsningen og lade Jodopløsning flyde til, indtil Vædsken bliver blaa. Forbruges hertil 20 + a Ccm. Jod, skal der for hver 20 Ccm. svovlundersyrlet Natron tilsættes a Ccm. Vand. Opløsningen gjemmes i Mørke.

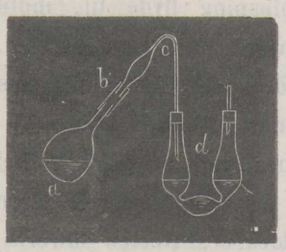
Stivelseopløsningen dannes ved at koge 1 Del Stivelse med omtr. 160 D. Vand og lade Vædsken klare sig ved Henstand. Det Klare hældes af, Resten filtreres, Stivelseopløsningen mættes med Kogsalt, klares ved Henstand og kan nu opbevares længe.

Til det svovlundersyrlede Natron bruges en almindelig Mohrsk Burette. Til Jodopløsningen, som efterhaanden angriber Kautschuk, derimod en Sallerons eller i Mangel deraf en Gay-Lussacs Burette, som hensigtsmæssigt forvandles til en Blæseburette ved en med Paraffin gjennemtrængt Korkprop, hvorigjennem lufttæt gaaer et bøjet Glasrør.

Med Stivelse og Jod kan man nu bestemme Styrken af Svovlsyrlingvand ($SO_2 + J + HO = SO_3 + HJ$), men dette maa først fortyndes med udkogt Vand, til det ikke indeholder mere end 0.04 % SO_2, ɔ: til 100 Ccm. Svovlsyrlingvand ikke behøve mere end omtr. 12 Ccm. $\frac{1}{10}$ normal Jodopløsning; fremdeles Svovlbrinte og Svovlalkalimetaller ($HS + J = HJ + S$), Arsensyrling i en Opløsning af kuls. Natron ($AsO_3 + J_2 + 2NaO = AsO_5 + 2NaJ$).

Med svovlundersyrlet Natron og Stivelse bestemmes frit Jod, men da dette udskilles af Jodkalium ved en æqvivalent Mængde Chlor, har denne Methode en meget udbredt Anvendelse, nemlig til Bestemmelse af Chlor i Chlorvand og af Stoffer, der ved Opvarmning med Saltsyre udvikle Chlor. I dette Tilfælde anvendes hensigtsmæssigst hosstaaende Apparat. I Kolben a bringes omtr. $0^{Gm}.4$ af vedkommende Stof tilligemed stærk Saltsyre. Ved et Kaut-

schukrør b og Glasrøret c forbindes a med Forlaget d, hvori findes en Jodkaliumopløsning (1 Del Jodkalium, 10 Dele Vand). Medens Kolben a opvarmes, staaer d i koldt Vand. Saavel b som Kautschukpropperne i d maae ved Udkogning med svag Kalilud og Udvaskning være befriede for Svovl. Efter fuldstændig Afkøling tømmes og vaskes d. For en Sikkerheds Skyld gjentages Operationen, der kun varer nogle Minutter, med nyt Jodkalium; endelig titreres Jodet med svovlundersyrlet Natron. Methoden kan bruges til Bestemmelse af Manganoverilte ($Mn\,O_2 + 2\,H\,Cl = Mn\,Cl + 2\,H\,O + Cl$), chromsure Salte ($2\,Cr\,O_3 + 6\,H\,Cl = Cr_2\,Cl_3 + 6\,H\,O + 3\,Cl$), chlorsure Salte ($K\,O\,Cl\,O_5 + 6\,H\,Cl = K\,Cl + 6\,H\,O + 6\,Cl$). Jodsure Salte sønderdeles allerede i Kulden af en Blanding af Jodkalium og Saltsyre under Udskillelse af 6 Æqv. Jod, som directe titreres. Beregningen er i alle Tilfælde yderst simpel. Er a Mængden af det afvejede Stof, b de forbrugte Ccm. Jod eller svovlundersyrlet Natron, og viser Reactionsligningen, at der til Iltning af 1 Æqvivalent (Æqv.) af det søgte Stof forbruges n Æqv. Jod, eller at der af 1 Æqv. af det søgte Stof udskilles n Æqv. Jod, saa findes Procenterne x af det søgte Stof, idet



$$a : \frac{b\ \text{Æqv.}}{10000\ n} = 100 : x \text{ og } x = \frac{b\ \text{Æqv.}}{100\ na}$$

Saaledes er ved Iltningen af $S\,O_2$ og Sønderdelingen af $H\,S$ $n = 1$, ved Iltningen af $As\,O_3$ $n = 2$, ved Reductionen af $Mn\,O_2$ $n = 1$, ved Reduction af $Cl\,O_5$ $n = 6$ (for 1 Æqv. $Cl\,O_5$ udskilles 6 Æqv. Jod), af $Cr\,O_3$ $n = \frac{3}{2}$ 2 Æqv. $Cr\,O_3$ udskille 3 Æqv. Jod, altsaa 1 $Cr\,O_3$ $\frac{3}{2}$ J).

Afvejes altsaa $a = \frac{\text{Æqv.}}{100\ n}$, giver b ligefrem Procenttallene af det søgte Stof, afvejes $a = \frac{\text{Æqv.}}{10\ n}$, giver b Tiendele Procent.

Det følger af sig selv, at den anvendte Saltsyre ikke maa indeholde frit Chlor, og at det anvendte Jodkalium maa være frit for jodsurt Kali.

Det frie Jod kan, som allerede antydet, ogsaa omdannes til Jodmetal ved andre Midler end svovlundersyrlet Natron. Af disse har Arsensyrling, opløst i kuls. Natron, (se ovenfor) faaet en særlig Betydning, nemlig til Bestemmelse af Chlor i Chlorkalk og lignende Stoffer. Da 1 Æqv. (99) $As\,O_3$ til sin Iltning kræver 2 Æqv. Jod eller Chlor anvender man en $\frac{1}{10}$ normal Jodopløsning (se ovenfor) og $\frac{1}{20}$ normal Arsensyrling. Den sidste tilberedes ved at bringe $4^{Gm}.95$ ren Arsensyrling i en Kogeflaske, koge med 10—12 Gm. rent kryst. kuls. Natron og omtr. 200 Ccm. Vand og tilsidst igjen tilsætte 10—12 Gm. kuls. Natron. Derpaa fortynder man med koldt Vand, filtrerer (om nødvendigt) i en Litreflaske og fylder op (gjennem Filtret) til Mærket. Denne Opløsning skal stemme med Jodopløsningen. For at bestemme en Chlorkalks Styrke afvejes en vis Mængde, rives fint med lidt Vand og slemmes ned i Litreflasken, der tilsidst fyldes med Vand til Mærket. Man ryster godt om og afmaaler et vist Antal Ccm. af den uklare Vædske. Derpaa tilsættes Arsensyrlingopløsningen med en Burette, idet man af og til lader en Draabe af Blandingen falde paa Papir, der er befugtet med den p. 93 beskrevne Stivelseopløsning, hvortil er sat nogle Draaber Jodkalium. Saasnart den blaa Farve, Papiret antager, bliver mattere, tilsætter man Arsensyrlingen draabevis og prøver for hver Draabe. Naar Prøvepapiret ikke blaanes

mere, er der tilsat nok. Et endnu nøjagtigere Resultat faaer man ved efter denne første Operation at foretage en ny med den samme Chlorkalkvædske. Af den første Prøve ved man temmelig nøjagtigt, hvormeget Arsensyrling der behøves: man anvender da et Overskud, tilsætter Stivelseopløsning og titrerer tilbage med $\frac{1}{10}$ normal Jodopløsning, til den blaa Farve kommer frem. Differensen mellem de anvendte Ccm. Assensyrling og Jod er Maalet for Chlorkalkens virksomme Chlor.

Afvejes altsaa a Gm. Chlorkalk, og er b de forbrugte Ccm. Arsensyrling, har man de fundne Procent Chlor x af Ligningen:

$$a : \frac{2 \times 35{,}46\, b}{20000} = 100 : x \text{ (I) eller } x = \frac{35.46\, b}{100\, a}.$$

Gjøres $a = \frac{35.46}{100} = 0.3546$ er b Procent Chlor, gjøres $a = 3{,}546$, er b Tiendele Procent Chlor. Men i Reglen udtrykker man Chlorkalkens Værdi i Gay-Lussacske Grader. Disse angive, hvor mange Litre virksom Chlorluft (ved 0^0 og 760^{Mm}) der findes i 1000 Gm. Chlorkalk. Da nu 1 Litre Chlor under de nævnte Forhold vejer $3^{Gm}.178$, saa betyder 100^0 Gay-Lussac 31.78 Procent Chlor, og af Ligningen $31.78 : 100 = x : x_1$ ($x_1 = \frac{x}{0.3178}$) sees, at man kun behøver at dividere de fundne Proc. Chlor med 0.3178 for at omdanne dem til Gay-Lussacske Grader. Det sees let, at man ogsaa kan indsætte Værdien $x = 0.3178\, x_1$ i Ligning (I), hvorved findes:

$$x_1 = \frac{35.46\, b}{31.78\, a} \text{ eller: naar } a = \frac{35.46}{31.78} = 1{,}1158 \text{ er } x_1 = b.$$

Afvejes altsaa $11^{Gm}.158$ Chlorkalk og fortyndes til 1 Litre, saa vil de til hver 100 Ccm. forbrugte Ccm. Arsensyrling ligefrem give Gay-Lussacske Grader.

Til de Titrermethoder, der beroe paa en Iltning, hører ogsaa Anvendelsen af det manganoversure Kali. Dette Salt afgiver i sur Opløsning $\frac{5}{8}$ af sin Iltmængde til iltelige Stoffer. Jernforiltesalte iltes f. Ex. saaledes: $10\ (FeO.\ SO_3) + 8\ (HO.\ SO_3) + KO\ Mn_2\ O_7 = 5\ (Fe_2\ O_3.\ 3\ SO_3) + KO\ SO_3 + 2\ (Mn\ O.\ SO_3) + 8\ HO$. Opløsningen af det manganovers. Kali (Chamæleon) har en vilkaarlig Styrke, men som selvfølgelig er nøjagtig bekjendt. Da det rene Chamæleon holder sig betydeligt bedre end det urene, og da der i Handelen findes forholdsvis rent kryst. manganovers. Kali, anvendes helst dette: man opløser 40—50 Gm. i 1 Litre Vand. Opløsningen opbevares i en Sprøiteflaske og blæses (hældes ikke) i Buretten. Denne er af samme Art som ved Jodopløsningen (p. 93). Til at bestemme Chamæleonets Styrke benyttes Claverstrænge eller Oxalsyre. I Claverstrængene bestemmes først ad sædvanlig analytisk Vej Jernmængden (i Alm. meget nær 99.7 $^0/_0$). Derpaa opløses $0^{Gm}.280$ [1]) Claverstrænge i en Blanding af 20-30 Ccm. svag Svovlsyre og ligesaameget Vand i en skraatstillet Kolbe, som opvarmes, idet man bestandig leder en Kulsyrestrøm deri. Efter fuldstændig Afkøling fortynder man Opløsningen til omtr. 250 Ccm. i et Bægerglas og lader nu Chamæleon flyde til. Dettes Farve forsvinder i Begyndelsen rask, derpaa langsommere, tilsidst farver en Draabe hele Opløsningen rosenrød. Nu er Forsøget endt, og Buretten aflæses. Har man forbrugt b Ccm. (b bør være 30—40) Chamæleon, vil 100 Ccm. svare til $\frac{28}{b}$ Gm. Jern. Med Oxalsyre foretages Forsøget paa lignende Maade. $4^{Gm}.500$ ren,

---

[1]) Indeholde Claverstrængene p $^0/_0$ Fe, findes den Mængde, der skal afvejes, af Lign. $100 : p = x : 0.28$. Er $p = 99.7$ bliver $x = 0.281$.

ved 100° tørret Oxalsyre opløses i Vand til 1 Litre. Oxalsyre iltes af Chamæleon, idet $5(HOC_2O_3) + 3(HOSO_3) + KOMn_2O_7 = 10\,CO_2 + KOSO_3 + 2(MnO\,SO_3) + 3\,HO$. Da altsaa 5 Æqv. Oxalsyre (5×45) svarer til 10 Æqv. Fe, vil 50 Ccm. af Oxalsyreopløsningen behøve ligesaamange Ccm. Chamæleon som $0^{Gm}.28$ Jern. Til disse 50 Ccm. Oxalsyre sættes nu en Blanding af 100 Ccm. Vand og 6-8 Ccm. stærk Svovlsyre, og Blandingen opvarmes til c. 60°. Derpaa tilsættes Chamæleon, indtil det røde Skjær fremkommer. Ogsaa her vil 100 Ccm. Chamæleon svare til $\frac{28}{b}$ Jern eller til $\frac{22.5}{b}$ HOC_2O_3. Heraf fremgaaer nu umiddelbart, hvorledes Chamæleon anvendes til Bestemmelse af Jern. Dette skal være tilstede som Forilte. Forbindelsen opløses i Vand eller svag Svovlsyre i en Kulsyreatmosfære og fortyndes saavidt muligt saaledes, at man for $0^{Gm}.1$ Jern har 100 Ccm. Opløsning. Derpaa tilsættes endnu noget svag Svovlsyre og endelig Chamæleon, til den røde Farve bliver constant. At denne senere igjen forsvinder, har intet at sige: det er den frie Manganoversyre, der sønderdeles. Tilstedeværelse af Saltsyre kan virke forstyrrende.

Findes Jernet som Tveilte, reduceres det først til Forilte, idet man opvarmer den tilstrækkelig sure Opløsning med jernfrit Zink i en Kulsyreatmosfære, til Jerntveiltesaltenes brungule Farve fuldstændig er forsvunden. Derpaa lader man det Hele afkøles i Kulsyrestrømmee, hælder Vædsken fra Zinken, vasker denne med udkogt Vand og titrerer som før.

Det sees let, et naar saavel Jernforilte som Jerntveilte ere tilstede, kan man først bestemme det Jern, der findes som Forilte, og derpaa (efter Reduction med Zink) hele

Jernmængden: Differensen giver det Jern, der er tilstede som Tveilte.

Forbruges til a Vægtdele Stof b_1 Ccm. Chamæleon, fremgaae de fundne Procent Jern (x) af Ligningen:

$$a : \frac{28\ b_1}{100\ b} = 100 : x \text{ eller } x = \frac{28\ b_1}{ab}$$

Da nu b kjendes, kan ab vælges saaledes, at ab = 28, hvorved b_1 ligefrem giver de søgte Procent Jern.

Om end en Chamæleonopløsning længe kan holde sig uforandret, er det dog altid sikkrest før hver Analyse at controllere b, hvilket lettest skeer ved den ovennævnte Oxalsyreopløsning.

III.

Techniske Analyser.

Brunsten.

Brunstenens Handelsværdi beroer paa den Mængde virksom Ilt, den indeholder, ɔ: den Ilt, der af Saltsyre udskiller frit Chlor. Bunstenens Værdi forringes altsaa ikke blot ved Indblandinger som Jerntveilte, Ler, kuls. Kalk, Vand, men ogsaa ved lavere Manganilter, der vel med Saltsyre give Chlor, men ikke saa meget som Brunsten. Saaledes give 43.5 $Mn\,O_2$, 79 $Mn_2\,O_3$, 114.5 $Mn_3\,O_4$ alle samme Mængde Chlor:

Mn	O_2	Mn_2	O_3	Mn_3	O_4
Cl	H	Cl_2	H_2	Cl_3	H_3
Cl	H	Cl	H	Cl	H

Man bestemmer derfor Brunstenens Værdi, idet man angiver, hvormeget virksom Ilt, den indeholder og man udtrykker dette i Procent Brunsten. Chem. rent $Mn_3\,O_4$ er saaledes i Handelen en Brunsten paa 37.99 Pc. osv.

Til Analyse pulveriseres en Gjennemsnitsprøve af Brunstenen saa fint som muligt. I Alm. ønskes Vandmængden angivet, den bestemmes som oftest ved 100°, skjøndt Brunsten næsten aldrig taber alt Vand ved denne Temp.; den tørrede Brunsten bringes endnu varm i Glasrør, som tilproppes, og det er den, der benyttes til Analysen.

Denne kan udføres paa forskjellig Maade. Den, der kræver mindst Færdighed, er Fresenius og Wills, som beroer paa, at $Mn\,O_2$ og de øvrige højere Manganiiter med Svovlsyre og Oxalsyre omsætte sig saaledes: $Mn\,O_2 + S\,O_3 + C_2\,O_3 = Mn\,O\,S\,O_3 + 2\,C\,O_2$. Den udføres i det første af de p. 76 beskrevne Kulsyreapparater. Kolberne rumme 60—80 Cm. Den afvejede Brunsten bringes tilligemed 5—6 Gm. neutralt oxals. Natron og omtr. 20—30 Cm. Vand i Kolben a, og derpaa gaaer man frem aldeles som ved Kulsyrebestemmelsen p. 76.

Betyder a den afvejede Mængde Brunsten, b den fundne Mængde Kulsyre, da findes Procenterne x_1 af følgende Ligninger

$2\,C\,O_2 : Mn\,O_2 = b : x$ og $a : x = 100 : x_1$; $x_1 = \frac{4350\,b}{44\,a}$.

Lader man nu a og b være udtrykt i Centigrammer, saa ser man, at for $a = \frac{4350}{44} = 98^{Cgm}.86$ bliver $x_1 = b$. Afvejes altsaa $0^{Gm}.9886$ Brunsten, betyde Centigrammer af Kulsyre Procent $Mn\,O_2$. Det er dog bedst ved ringere Brunstenssorter at afveje $3 \times 0^{Gm}.9886 = 2^{Gm}.9658$ eller $4 \times 0.9886 = 3^{Gm}.9544$; ved bedre $2 \times 0.9886 = 1^{Gm}.9772$. De fundne Cgm. Kulsyre, dividerede med 3, 4 eller 2 give da Proc. $Mn\,O_2$.

Den under Titrermethoder 3, p. 93 n. nævnte Fremgangsmaade giver ogsaa gode Resultater, men er paa Grund af den ringe Mængde Stof, der maa anvendes til Analysen, vanskeligere at udføre med den Nøjagtighed som ovenstaaende. Naar a er den afvejede Mængde Brunsten, b de forbrugte Ccm. svovlundersyrlet Natron, findes af Ligningen $a : \frac{43.5\,b}{10000} = 100 : x$, x (Procent $Mn\,O_2$) $= \frac{43.5\,b}{100\,a}$. Afvejes altsaa $0^{Gm}.435$ Brunsten, er b = Procent $Mn\,O_2$.[1])

[1]) Det er klart, at denne Methode er ganske uafhængig af, om B. indeholder Jerntveilte eller kuls. alkal. Jordarter. Ved den først

Chlorkalk.

Den bedste Methode til Bestemmelsen af dette Stofs Handelsværdi findes fuldstændig beskreven under Titrermethoder 3, p. 95.

Syrer

titreres med Natron paa den under Titrermethoder 1, p. 85 nævnte Maade. Stærke Syrer fortyndes først betydeligt med Vand.

Alkalier og kulsure Alkalier.

titreres med Svovlsyre paa den under Titrermethoder 1, p. 85 n. nævnte Maade. Herved erfares deres Alkalimængde, udtrykt som kuls. Alkali. Men i Alm. ønskes tillige andre Oplysninger. Derfor afvejes 10^{Gm} Potaske eller Soda i en Platindigel og glødes svagt. Vægttabet er Vand, og Decigrammerne i Vægttabet ere Procent Vand. Dernæst afvejes af selve Sodaen eller Potasken $\frac{1}{2}$ Æqv. ($\frac{1}{2}$ $KOCO_2$ $= 34^{Gm}.55$, $\frac{1}{2}$ $NaOCO_2 = 26^{Gm}.50$), som opløses i Vand og fyldes op til $\frac{1}{2}$ Litre. Man tilpropper Flasken og lader det Uopløste sætte sig.

1°. 100 Ccm. af den klare Vædske tages ud og heri titreres med normal Svovlsyre det kulsure Alkali paa sædvanlig Maade. Da 100 Ccm. indeholde $\frac{1}{10}$ Æqv. give de brugte Ccm. Svovlsyre ligefrem Alkalimængden udtrykt i Proc. kuls. Alkali (b).

---

beskrevne Methode har Jerntveilte heller ingen Indflydelse, men vel kul. alkal. Jordarter. Indeholder altsaa B. saadanne, bringes den som før i Kolben med 15 til 20 Ccm. Vand og nogle Draaber fortyndet Svovlsyre. Dernæst opvarmes nogen Tid i Vandbadet, og hvis Vædsken da ikke mere reagerer sur, tilsættes igjen et Par Draaber Svovlsyre. Endelig mættes med kulsyrefri Natron, man afkøler og gaaer frem som sædvanligt.

2°. Andre 100 Ccm. bringes i en Kolbe paa 300 Ccm. fortyndes med 100 Ccm. Vand, fældes med Chlorbaryum og fyldes op til Mærket. Man ryster og lader den kuls. Baryt sætte sig i den tilproppede Flaske. I 100 Ccm. af den ovenstaaende klare Vædske (som nu indeholder Baryt istedetfor kaustisk Natron) titreres det frie Alkali med normal Saltsyre. De forbrugte Ccm., multiplicerede med 3, give det i Potasken eller Sodaen tilstedeværende Kali- eller Natronhydrat, udtrykt i Proc. kuls. Alkali (b_1). $b_1 \times 0.6817$ giver Proc. Kalihydrat, $b_1 \times 0.7547$ Proc. Natronhydrat. Differensen mellem b (se 1°) og b_1 er Proc. virkelig tilstedeværende kuls. Alkali.

3°. 50 Ccm. overmættes med Saltsyre, og Svovlsyren bestemmes paa sædvanlig Maade som svovls. Baryt. Eller man bestemmer Svovlsyren ved Titrering efter p. 86 n. Man afmaaler 57,9 Ccm. Potaskeopløsning (som indeholder $4^{Gm}.000$ Potaske) eller 75,4 Ccm. Sodaopløsn. ($= 4^{Gm}.000$ Na O C O_2), overmætter svagt med Saltsyre, koger, tilsætter 50 Ccm. normalt Chlorbaryum og fælder den kogende Vædske med Ammon og kulsurt Ammon. Det udvadskede Bundfald behandles med 50 Ccm. normal Salpetersyre i samme Flaske, hvori det blev fældet, man opvarmer noget og titrerer efter Afkøling Overskuddet af Salpetersyre med normal Natron eller norm. Ammon. Forbruges heraf b Ccm., er Svovlsyren i Procent = 50 — b.

4°. 51.3 Ccm. Potaskeopløsning eller 66.9 Sodaopløsning neutraliseres med Salpetersyre og titreres med $\frac{1}{10}$ normal salpeters. Sølv. De forbrugte Ccm give Tiendedele Proc. Chlor (idet de afmaalte Mængder indeholde $3^{Gm}.546$ Potaske eller Soda og Chlorets Æqv. er 35.46).

Afvejes 0.3546 Potaske eller Soda, give de forbrugte Ccm. salpeters. Sølv hele Proc. Chlor.

5°. Til Bestemmelse af indblandet Soda i Potaske har man ingen meget nøjagtig technisk Methode. En af de simpleste og, som det synes, sikkreste, er følgende, der beroer paa, at Chlor og Svovlsyre i Potaske findes som Kalisalte. Finder man nu i en Potaske a $^0/_0$ knls. Kali (alkalimetrisk efter 1°), b $^0/_0$ svovls. Kali (efter 3°), c $^0/_0$ Chlorkalium (efter 4°), d $^0/_0$ Vand og uopløselige Stoffer, og $a + b + c + d = 100 + n$, da indeholder Potasken kuls. Natron; thi Kalihydrat forekommer næppe deri. Da man nu (i 1°) har titreret $6^{Gm}.91$ ($= \frac{1}{10}$ Æqv.) Potaske, skulde man, hvis man havde med rent kuls. Kali at gjøre, bruge 100 Ccm. norm. Syre; var det derimod rent kuls. Natron ($Na\,O\,C\,O_2$), indeholdt Potasken med andre Ord 100 $^0/_0$ kuls. Natron, vilde man bruge 130.37 Ccm. Syre. Man har altsaa:

$$30.37 : 100 = n : x \quad \text{og} \quad x = 3.2927\,n$$

eller Potasken indeholder $3.2927\,n$ $^0/_0$ $Na\,O\,C\,O_2$ og

$$a - 3.2927\,n - n = a - 4.2927\,n\ ^0/_0\ K\,O\,C\,O_2.$$

Krudt.

1°. Vandmængden bestemmes ved at tørre 2—3 Gm. i det lufttomme Rum over Svovlsyre.

2°. Salpeteret udvaskes med varmt Vand af omtr. 5 Gm. Filtratet inddampes forsigtigt til Tørhed, tilsidst i en Platindigel. Man kan godt smelte det, naar det kun skeer forsigtigt.

3°. For at bestemme Svovlet blander man 5 Gm. Krudt med ligesaameget tørt kuls. Natron. Derpaa tilsættes 5 Gm. Salpeter og 20 Gm. Chlornatrium. Efter omhyggelig

Blanding rødglødes det Hele i en Platindigel, til Massen er fuldstændig hvid. Derpaa opløser man i Vand, overmætter svagt med Saltsyre og fælder med Chlorbaryum.

4°. Kullet bestemmes som Tab.

Salpeter.

Man smelter $5^{Gm}.000$ ved svag Varme; Vægttabet er Vand. Den smeltede Masse opløses i varmt Vand, og Opløsningen fortyndes til 500 Ccm.

I 100 Ccm. ($1^{Gm}.000$) titreres Chloret med $\frac{1}{10}$ salpeters. Sølv og beregnes som Chlornatrium.

I 200 Ccm. bestemmes Svovlsyren ved Vejning som svovls. Baryt.

Den paalideligste Methode til Bestemmelsen af Salpetersyren er følgende. Man smelter Salpeteret ved svag Varme, hælder den smeltede Masse ud i en varm Porcellainsskaal, pulveriserer den og tørrer Pulveret skarpt før Vejningen. Derpaa bringes 2—3 Gm. Qvartspulver i en Platindigel, glødes og vejes. $0^{Gm}.500$ af Salpetret bringes i samme Digel, man blander godt og vejer igjen. Den bedækkede Digel glødes derpaa en halv Time ved svag (ved Dagslys netop synlig) Rødglødhede og vejes paany med Laag. Vægttabet er NO_5.

Gødningsstoffer.

I.

De Stoffer, der gaae under Navnene: sur fosfors. Kalk, Superfosfater, opløst Guano, Phosphatic Guano, Fosforguano osv., ere tilberedte af forskjellige Guanoer (Bakerguano, Peruguano osv.), Benkul, Benmel, idet man ved Tilsætning af Svovlsyre har omdannet mere eller mindre af den 3 bas.

fosfors. Kalk til opløselig fosfors. Kalk og Gips. Den væsenligste Bestanddel er derfor den opløselige Fosforsyre. Denne opføres som »opløselig fosfors. Kalk« og beregnes her i Landet som (vandfri) $CaO.PO_5$, medens norske Analyser beregne den opløselige Fosforsyre som $CaO.2HO.PO_5$ og nyere engelske Analyser beregne den som $3CaO.PO_5$, idet der tilføjes: made soluble. Men til en fuldstændig Analyse af konstig Gødning hører desuden: Bestemmelse af den uopl. Fosforsyre, fremdeles af Svovlsyre, Kalk (Magnesia, Jerntveilte, Lerjord), Alkalier, Sand, Vand (hygroskopisk og chemisk bundet), organiske Bestanddele og Kvælstof (der alm. beregnes som NH_3).

Forarbejder. Gødningen fintdeles og sigtes, hvis den Consistens tillader det; bliver den derimod ved Rivning grødagtig, udrøres den til en ensformig Dejg. En foreløbig Tørring tør ikke foretages; thi selv under 100° kan en Del opløselig Fosforsyre ved et »Tilbageslag« blive uopløselig.

Bestemmelsen af opl. Fosforsyre. $10^{Gm}.000$ afvejes i et lille Bægerglas og overgydes med koldt Vand. Efter 3—4 Timer bringes det Hele paa et Filtrum og udvaskes med koldt Vand, til Vaskevandet ikke mere reagerer surt (eller til molybdæns. Ammon ikke mere kan eftervise Fosforsyre). I Alm. udgjør Filtrat og Vaskevand ikke 500 Ccm.; det fyldes da op til $\frac{1}{2}$ Litre og rystes godt. 50 Ccm. svare til 1 Gm. Gødning. Fosforsyrebestemmelsen i denne Vædske kan skee paa forskjellig Maade:

1° ved Titrering med eddikes. Uranilte (se p. 90). Til 50 Ccm. af den nævnte Opløsning sættes 10 Ccm. af Blandingen af Eddikesyre og eddikes. Natron; derpaa opvarmes det Hele til 100°. Udskilles herved et fyldigt Bundfald, filtreres det fra, glødes og vejes (se nedenfor).

Filtratet eller, hvis der intet Bundfald fremkom, den oprindelige klare Vædske titreres nu paa sædvanlig Maade. Ved meget rige Superfosfater eller ved saadanne, som indeholde megen fri Syre, kan det hændes, at de 10 Ccm. eddikes. Natron ikke ere nok til at binde al Syre til Natron. Man faaer da Reaction paa frit eddikes. Uranilte, før al Fosforsyre er fældet. Det er derfor altid sikkrest efter Titreringen at tilsætte 5 Ccm. eddikes. Natron, opvarme til Kogning og prøve paany. Giver ogsaa denne Vædske Reactionen, var der tilsat nok eddikes. Natron.

2° ved eddikes. Uranilte og Vejning af Bundfaldet, idet man gaaer frem efter 1° og efter p. 67, 2.

3° Til 50 Ccm. Gødningsudtræk sættes 40—50 Draaber stærk Svovlsyre og derpaa 100 Ccm. Vinaand (Vf. 0.84). Det Hele blandes godt og henstilles 12 Timer. Gipsen vaskes med Vinaand paa 60 %, til den sure Reaction ophører. Af Filtratet afdampes Vinaanden; derpaa overmættes med Ammon. Fremkommer herved et fyldigt Bundfald, gaaer man frem efter 1°. I Filtratet bestemmes Fosforsyre som $2\,MgO.PO_5$ (p. 67 og 24).

Udgjør det i 1°, 2° eller 3° fremkomne fyldige Bundfald efter Glødning ikke mere end 0.5 %, beregnes det som $Fe_2O_3.PO_5$. Udgjør det mere, opløses det i Saltsyre og fældes med molybdæns. Ammon. Efter 12 Timers Henstand bringes Bundfaldet paa Filtret og vaskes med koldt Vand, hvortil er sat nogle Draaber molybdæns. Ammon. Naar et Par Draaber af Vaskevandet ikke længere giver Jernreaction med Rhodankalium, opløses Bundfaldet i Ammon og fældes med en klar Blanding af svovls. Magnesia, Chlorammonium og Ammon, idet man gaaer frem som sædvanligt.

Fuldstændig Analyse af Gødningen.

1°. 3 Gm. tørres ved 160°—180°. Vægttabet er Fugtighed + Gipsens Vand.

10 Gm. behandles som ved Bestemmelsen af opløselig Fosforsyre. Af Opløsningen behandles

2°. 50 Ccm. efter Bestemmelsen af opl. Fosforsyre 3. Herved findes den Mængde Kalk og Fosforsyre, der er tilstede i den opløselige Del af Gødningen*).

3°. 50 Ccm. fældes med Chlorbaryum og Bundfaldet behandles som sædvanligt (p. 62 n). Herved findes Svovlsyren i den opløselige Del af Gødningen.

4°. 200 Ccm (= 4^{Gm}.00 Gødning) inddampes under Tilsætning af et lille Overskud af kuls. Natron og lidt Salpeter til Tørhed i en Platinskaal. Resten glødes svagt, opblødes med Vand og opvarmes med Saltsyre, til Alt er opløst. Vædsken overmættes svagt med Ammon; derpaa tilsætter man Eddikesyre og filtrerer. Det Uopløste bestaaer af fosforsurt Jerntveilte (+ Lerjord). Dette Bundfald glødes og vejes. Overstiger dets Mængde ikke 0.5 % regnes det for $Fe_2O_3.PO_5$. Udgjør det mere, bestemmes Fosforsyren deri efter Best. af opl. Fosforsyre Slutn. Heraf erfares desuden Mængden af Jerntveilte (Lerjord) i den opløselige Del af Gødningen. Filtratet fra det fosfors. Jerntveilte inddampes og overmættes med Ammon; efter 24 Timers Henstand vil alt det i den opløselige Del af Gødningen tilstedeværende Magnesia have udskilt sig som fosfors. Magnesia-Ammon. Magnesiamængden i Gødningen er dog i Alm. meget

*) Her filtreres det fosfors. Jerntveilte (Lerjord) blot fra og vejes. Udgjør det mere end 0.5 % bestemmes den deri tilstedeværende Del af den opløselige Fosforsyre under 4°.

ringe. Har man under 2. fundet mindre end 0.5% fosfors. Jerntveilte, kan derfor 4. i Reglen forbigaaes.

5°. 100 Ccm. inddampes i en Platinskaal; man tilsætter efter nogen Tids Forløb tynd Kalkmælk, til Vædsken netop reagerer alkalisk, inddamper til Tørhed, tørrer Resten ved 180°, vejer, gløder og vejer igjen. Vægttabet giver de opløselige organiske Stoffer. Resten udkoges med rent Kalkvand, derpaa med Vand; af Filtratet fældes Svovlsyre med lidt Chlorbaryum; derpaa Baryt og Kalk med kuls. Ammon. I Filtratet bestemmes Alkalierne som Chlormetaller (se p. 18).

6°. Den i Vand uopløste Rest fra 1. bringes i en Platinskaal, Filtret brændes og Asken sættes til. Man tørrer det Hele ved 180° og faaer saaledes de i Vand uopløselige Stoffer. Derpaa gløder man under Luftens Adgang. Vægttabet giver de i Vand uopløselige organiske Stoffer.

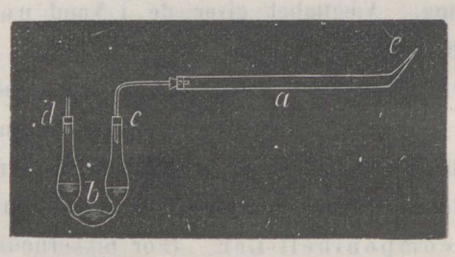
7°. Den glødede Rest fra 6. opløses i kogende Saltsyre; man fortynder under Kogningen med Vand, filtrerer, udvasker, fylder Filtratet op til $\frac{1}{4}$ Litre, tørrer og gløder Resten. Denne indeholder i Alm. kun Sand og udecomponibelt Ler. (For Sikkerheds Skyld udkoges den med stærk Saltsyre; hvis herved skulde opløse noget Gips, maa dennes Mængde bestemmes.)

8°. 50 Ccm. af Opløsningen fra 7. fældes med Chlorbaryum; herved findes Svovlsyren i den uopløselige Del af Gødningen.

9°. 100 Ccm. af Opløsningen fra 7. behandles efter 2. Filtratet fra den svovls. Kalk overmættes svagt med Ammon og derpaa tilsættes Eddikesyre. Det Uopløste, som i Alm. er meget lidt, kan regnes for $Fe_2O_3PO_5$. Filtratet herfra overmætter man med Ammon og lader

staae hen 24 Timer, hvorved noget fosfors. Magnesia-Ammon kan udskilles. Dettes Mængde bestemmes. I Filtratet herfra bestemmes Resten af Fosforsyren som pyrofosfors. Magnesia. Man finder altsaa her den i den uopløselige Del af Gødningen tilstedeværende Mængde Kalk, Jerntveilte, Magnesia og Fosforsyre.

10°. Kvælstofbestemmelse. $0^{Gm}.5$ til 1 Gm. befugtes med Oxalsyre og indtørres. Derpaa blandes denne Masse omhyggeligt (men uden at trykke under Rivningen) med saa megen Natronkalk, som fylder Halvdelen af Forbrændingsrøret a. Dette er omtr. 40 Cm. langt og 12 Mm. vidt. Natronkalken er umiddelbart før Anvendelsen udglødet og derpaa fuldstændig afkølet. Inderst i a lægges omtr. 3 Cm. Natronkalk, saa Blandingen (omtr. 20 Cm.), derpaa den Natronkalk, som



er brugt til at udskylle Morteren med (5 Cm.), saa 12 Cm. ren Natronkalk og endelig en løs Asbestprop. Ved smaa Slag frembringes en Kanal, og nu forbindes Røret ved en god Prop med Kuglerøret. c og d ere Kautschukpropper. I b har man af en Burette ladet løbe nøjagtigt 10 Ccm. normal Svovlsyre. Man prøver, om Apparatet er tæt, ved at holde et glødende Kul i Nærheden af Røret og derved drive nogle Luftbobler gjennem Vædsken i b. Denne vil ved Afkølingen komme til at staae højere i Røret c, og naar Vædsken holder

sig i denne Stilling, er Apparatet tæt. Nu opvarmes først den forreste (ved b nærmeste) Del af a i en Forbrændingsovn, og derpaa bringes lidt efter lidt hele Røret til Glødning, idet man gaaer langtsomt frem mod e. Naar der ikke mere udvikler sig Luft, brydes den yderste Spids af e af, og med en Aspirator eller med Munden suges en langsom Strøm af Luft gjennem Apparatet. Nu tages Proppen af d, man tilsætter lidt Lakmusopløsning og derpaa af en Buretto $\frac{1}{3}$ normal Natron, til Syren næsten er mættet. Derpaa løsnes Proppen ved c, Kuglerørets Indhold bringes over i et Bægerglas, Røret udskylles med lidt Vand, og nu titrerer man til blaa Reaction. Naar der er forbrugt b Ccm. $\frac{1}{3}$ norm. Natron, og a er den anvendte Mængde Stof, findes Procentmængden af Kvælstof af Ligningen

$$a : (10 - \frac{b}{3})\ 14 = 100 : x,$$

$$\text{Procent } NH_3 \text{ af } a : (10 - \frac{b}{3})\ 17 = 100 : x.$$

Analysen af Koprolither, Benmel, Apatit, Estramadura, Sombrero, ægte Peruguano, Fiskeguano foretages paa ganske analog Maade. I Reglen bortfalder dog her Bestemmelsen af opløselig Fosforsyre. Derimod maa man i flere af disse (Benmel, Fiskeguano, Koprolither) foretages en Kulsyrebestemmelse [1]). Kvælstof- og navnlig Vandbestemmelsen i den ægte Peruguano frembyder nogle Vanskeligheder, idet den indeholder endel neutralt fosfors. Ammon ($2\,NH_4\,O.\,H\,O.\,PO_5$). Blandingen med Natronkalk udføres derfor i selve Røret ved Hjælp af en blank, spids Jerntraad, hvis Ende er drejet som en Proptrækker med en Vinding. Vandbe-

---

[1]) Hertil kan benyttes det i Fresenius's Qvant. Anal. 5 Udg. 1864, p. 896—97 beskrevne Apparat.

stemmelsen udføres ved at tørre Stoffet i en lille Platinbaad, som ligger i et Glasrør, der opvarmes til 100°, og hvorigjennem stryger en Strøm af tør Luft, som tilsidst passerer et Forlag med titreret Svovlsyre. Den heri samlede Ammoniak (NH_3) bestemmes og regnes fra Vægttabet.

II.

I den senere Tid faaer den s. k. Kaligødning megen Betydning. Disse Gødningsstoffer bestaaer af forskjellige Blandinger af svovls. Kali, Chlorkalium, Chlornatrium, Chlormagnium, svovls. Magnesia, svovls. Kalk og uopløselige Stoffer, Sand, Ler osv.). I de sjeldneste Tilfælde vil det være nødvendigt at foretage en fuldstændig Analyse, der iøvrigt let udføres efter de i det Foregaaende nævnte Methoder. Derimod er det af Vigtighed nogenlunde hurtigt at kunne udføre en for Praxis tilstrækkelig nøjagtig Kalibestemmelse.

Dette skeer ved at opløse $10^{Gm}.000$ af det fint revne Salt i omtrent 300 Ccm. kogende Vand; man sætter draabevis Chlorbaryum til den kogende Vædske; den svovls. Baryt sætter sig næsten øjeblikkelig, og man kan saaledes næsten undgaae ethvert Overskud af Chlorbaryum. Uden at filtrere Bundfaldet fra fortynder man nøjagtigt til 1000 Ccm., filtrerer 100 Ccm. fra (= $1^{Gm}.000$ Salt), tilsætter et afmaalt Rumfang Platinchlorid, som indeholde omtr. 2 Gm. metallisk Platin, og inddamper i Vandbadet til Tørhed. Den tørre Rest overgydes med Vinaand paa 80 %, fordeles med en Glasstang og vaskes ved Decantation med Vinaand, til Vædsken er farveløs. Derpaa bringes den paa et ved 100° tørret og vejet Filtrum, tørres ved samme Temp. og vejes som Kaliumplatinchlorid $KCl, PtCl_2$. Den store Mængde Platin-

chlorid maa tilsættes for at omdanne alle Chlormetallerne til (i Vinaand opløselige) Chlorplatinforbindelser.

Analyse af Agerjord.

Da man endnu ikke synes at være enig om den hensigtsmæssigste Udludningsmethode, medens der til Udførelsen af de egenlig chemiske Bestemmelser, her ville forekomme, vil findes tilstrækkelig Vejledning i det Foregaaende, nøjes jeg med at henvise til det Forslag, der udførlig er meddelt i Fresenius's Zeitschr. für analyt. Chemie, III p. 85.

Kulstof og Svovl i Jern.

Findelingen af Jernet frembyder Vanskeligheder, idet Filen giver Anledning til Unøjagtigheder. Ved følgende Methode kan Jernet anvendes i grove Spaaner, ja endog som et fast Stykke, der da omvindes med en Platintraad. Man behandler 1 Del Jern med 15 D. Kviksølvchlorid og saameget Vand, som behøves til dermed at danne en tynd Dejg. Er Jernet nogenlunde fintdelt, rives det med Kviksølvopløsningen i en Achatmorter, er det et fast Stykke, hænges det ved Platintraaden ned i Kviksølvopløsningen, til det er opløst. Kviksølvchloridet reduceres af Jernet til Chlorure, som udskilles tilligemed Kul og Kiselsyre. Nu bringes det Hele i et Bægerglas og opvarmes en Time til 80°—100°, man filtrerer, udvasker Bundfaldet, tørrer det ved 100°, bringer det i en Platinbaad og opvarmer denne til mørk Rødglødhede i en Strøm af tør Brint[1]), indtil alt Calomel er fordampet. Platinbaaden afkøles i Brintstrømmen og vejes. Det fyldige Kul forbrænder let

[1]) For at befrie denne for Ilt kan man lede den over et lille Lag Platinsvamp.

ved Opvarmning i Luften og efterlader nogen Kiselsyre (som dog ikke repræsenterer alt Jernets Silicium). Platinbaaden vejes nu igjen, og Vægttabet er Kulstofmængden. Man kan naturligvis ogsaa, efter at have fjernet Calomelet i en Brintstrøm, gløde Platinbaaden i en Strøm af tør og kulsyrefri Ilt og veje den dannede Kulsyre i et Liebigsk Kaliapparat, idet man erindrer at uddrive Ilten af dette med en Strøm kulsyrefri atmosfærisk Luft.

For at bestemme Svovlet kan man behandle 5—10 Gm. Jern i en Kolbe (med Sikkerhedstragt) med stærk Saltsyre og lede den udviklede Brint (og Svovlbrinte) gjennem 2 U-formede Rør, som indeholde noget basisk eddikesurt Blyilte. Naar Jernet er opløst, suger man i længere Tid Luft gjennem Apparatet. Det dannede Svovlbly samles paa et lille Filtrum, udvaskes og tørres og smæltes dernæst med Salpeter og kuls. Natron (se p. 66, 4).

Sølv- og Guldlegeringer.

Sølv

bestemmes nu altid paa den »vaade Vej« ɔ: ved Titrering, medens man tidligere bestemte det ved Afdrivning med Bly paa Capeller af Benaske i en Muffelovn. Denne sidste Methode bruges nu kun undtagelsesvis, hvor Titrermethoden maatte frembyde særegne Vanskeligheder, og controlleres da saavidt muligt ved »vaade Prøver«. Ved den nøjagtige Titrering af Sølv gaaer man ud fra constante Maal af en Kogsaltopløsning, hvoraf 1 Ccm. udskiller $0^{Gm}.010$ Sølv, hvoraf altsaa 100 Ccm. indeholder $0^{Gm}.54147$ Na Cl, og forandrer efterhaanden den afvejede Mængde af Legeringen, indtil man har fundet den Vægt, hvis Sølvmængde nøjagtigt udfældes af 100 Ccm. af Kogsaltopløsningen. Man be-

nytter Pipetter, som sidde aldeles fast i Stativer, og som fyldes fra en større Beholder ved en af Gay-Lussac construeret Hane, der tilsteder en hurtig Fyldning og ved en lille Lufthane gjør det let at lade den overflødige Vædske løbe ud, til den har naaet Mærket paa Pipettens Rør.

Ved en foreløbig Prøve — der foretages enten ved Afdrivning eller efter p. 89 — bestemmer man tilnærmelsesvis Legeringens Sølvmængde og indvejer dernæst efter denne saameget af Legeringen, at der heri skulde findes 1 Gm. Sølv, som altsaa nøjagtigt vil udfældes af 100 Ccm. af Kogsaltopløsningen. Legeringen opløses i Salpetersyre i en Flaske med indsleben Prop under svag Opvarmning, til alle røde Dampe ere forsvundne; man lader det Hele afkøles, tilsætter det bestemte Maal Kogsaltopløsning, ryster vedholdende, til Chlorsølvet har samlet sig, og Vædsken er klar, og nu forsøger man med en svagere Saltopløsning (hvoraf 1 Ccm. svarer til $0^{Gm}.001$ Ag), om der endnu er Sølv i Vædsken, eller med en titreret Sølvopløsning (hvoraf 1 Ccm. indeholder $0^{Gm}.001$ Ag), om man har tilsat formeget Kogsalt. Efter den Mængde af disse Opløsninger, man maa tilsætte for at faae alt Sølv og Kogsalt fjernet, beregnes let, hvormeget Sølv der er i Legeringen; herefter indvejes en ny Prøve, og saaledes vedbliver man, til man finder den Mængde af Legeringen, hvis Sølv udfældes saa fuldstændigt af det givne Maal Kogsaltopløsning, at Vædsken efter Rystning hverken giver nogen Uklarhed med Kogsalt- eller Sølvopløsning.

Et Exempel vil tydeliggjøre Fremgangsmaaden. Ved en foreløbig Prøve har man fundet, at en Legering holder 897 Promille Sølv. Af Ligningen 897 : 1000 = 1000 : x findes, at $1^{Gm}.11483$ Legering indeholder $1^{Gm}.000$ Sølv. Man afvejer da $1^{Gm}.115$ Legering, opløser den i Salpetersyre i en Flaske, varmer, til de røde Dampe ere uddrevne, af-

køler til omtr. 15° og tilsætter nu de 100 Ccm. Kogsaltopløsning. Man ryster, til Vædsken er klar, og forsøger, om der kommer Bundfald med den svage Saltopløsning, som tilsættes successivt, 1 Ccm. ad Gangen, idet man ryster klart efter hver Tilsætning. Lad Opløsningen blive uklar endnu ved den 3die Ccm., men ikke ved den 4de. Man reagerer da tilbage med den svage Sølvopløsning, hvoraf den 1ste Ccm. antages at give Uklarhed (Ophævelse af den 4de Ccm. Saltopløsning), men den anden ikke. Prøven har da taget 3 Ccm. svag Saltopløsning og indeholder altsaa $1^{Gm}.003$ Sølv. Efter Ligningen 1003 : 1115 = 1000 : x indvejes nu en ny Prøve = $1^{Gm}.1117$. Efter Rystningen giver den kun en neppe synlig Uklarhed med den svage Saltopløsning, og en anden Del forholder sig paa samme Maade mod den svage Sølvopløsning [1]). Her er altsaa hverken Sølv eller Chlor i Opløsningen og Legeringens Sølvholdighed er 899.5 Promille.

Ved mindre sølvrige Legeringer bruges mindre Pipetter, idet man sædvanlig kun indvejer 1 Gm. Sølv eller lidt derover. Til Legeringen paa omtr. 500 eller 250 Pm. bruges Pipetter paa 50 eller 25 Ccm., eller man indvejer 1 Gm. af Legeringen og supplerer med rent Sølv. Ved en Legering paa omtr. 500 Pm., kunde man saaledes tage 1 Gm. Legering og $0^{Gm}.5$ rent Sølv og da som sædvanligt bruge Pipetten paa 100 Ccm.

---

[1]) Dette Forhold, at Vædsken kan give Uklarhed baade ved Tilsætning af Kogsalt og Sølvopløsning, beroer paa, at Chlorsølv er ganske lidt opløseligt i den ovenstaaende Opløsning af salpeters. Natron, men udskilles ved det mindste Overskud af salpeters. Sølv eller Chlornatrium. Dette, der forøvrigt er uden Betydning i Praxis, da Legeringer i Sølvhandlen ikke regnes i mindre end hele Promiller, undgaaes ved istedetfor Chlornatrium at bruge Bromnatrium.

Rhodan.

Da Temperaturforandringer naturligvis have en ikke ubetydelig Indflydelse paa en saa skarp Maalanalyse, anvender man i Almindelighed samtidig med de endelige Titreringer en eller flere Controlanalyser, hvorved man tillige holder Control med de Forandringer, Saltopløsningen mulig kunde have lidt (ved Fordampning osv.), med Mærkets rette Stilling paa Pipetten m. m. Man indvejer derfor af saa rent Sølv som muligt (»Controlsølv«), hvis Sølvholdighed nøje kjendes, en til Pipettens Størrelse svarende Mængde, som da behandles jævnsides med de egenlige Prøver, og de Reactioner, disse Controlprøver give, overføres da som Correction paa de egenlige Prøver. Har saaledes en Controlprøve givet Reaction ved Tilsætning af $\frac{1}{2}$ Ccm. af den svage Saltopløsning og ingen tilbagegaaende Reaction med den svage Sølvopløsning, drager man ligefrem $\frac{1}{2}$ Ccm. fra den Mængde svag Saltopløsning, den egenlige Prøve har taget, eller, hvis den har brugt svag Sølvopløsning, lægges $\frac{1}{2}$ Ccm. til.

Guld (med eller uden Sølv).

Først maa den omtrentlige Mængde Guld og mulig tilstedeværende Sølv bestemmes for derefter at fastsætte den rette Mængde Sølv og Bly, der skal bruges til Hovedprøverne. Til den foreløbige Prøve indvejes $0^{Gm}.125$ Legering, man tilsætter $0^{Gm}.250$ Sølv og omtr. 5 Gm. Bly og afdriver paa et Capel i Muffelovnen. Det tilbageblivende Korn (Guld + Sølv) vejes, udvalses til en tynd Plade, som opvarmes med Salpetersyre, til de røde Dampe ere udjagne, hvorpaa Resten tørres, glødes og vejes. Vægten af det tilbageblevne Guld, multipliceret med 8, giver Promille Guld; Differensen mellem Guldets Vægt og Vægten af det afdrevne Guld- og Sølvkorn (formindsket med den tilsatte

Sølvmængde) giver, multipliceret med 8, Promille Sølv i Legeringen. — Til Hovedprøven afvejes nu 2 Gange $0^{Gm}.250$; hertil sættes saameget fuldstændig guldfrit Sølv, at Sølvmængden bliver $2\frac{1}{2}$ eller bedre 3 Gange saa stor som Guldmængden. Afdrivningen skeer under Anvendelse af en vis Mængde sølvfrit Bly, der vel kan variere noget, men dog nogenlunde maa rette sig efter Mængden af det ædle Metal og de Urenheder, Legeringen indeholder, sædvanlig bruges 4 til 10 Gm. Det vilde være umuligt her kortelig at angive de mangfoldige Forsigtighedsregler og Haandgreb, der ved denne Proces maa iagttages. Den fordrer en høj Grad af Øvelse, og der maa tages Hensyn til mange Forhold. Naar Afdrivningen er forbi, og Guld- og Sølvkornene stivnede (blikkede), udtages de, afbørstes og vejes, udhamres omhyggeligt og ganske ensformigt, glødes, for at de ikke skulle revne, udvalses (idet de gjentagne Gange afvexlende glødes) til en Tykkelse som et Kortblad, glødes atter og oprulles dernæst om en Pistontang. Hvis Kornene ikke veje aldeles ens, er der rimeligvis tabt Noget af et af dem, og Prøven gjøres da om. Smaarullerne koges nu i en Kolbe med absolut chlorfri Salpetersyre af Vf. 1,2 (der dog gjerne kan indeholde noget Sølv). Efter at de røde Dampe ere udrevne, decanteres Syren, og man koger paany med 2 Hold frisk Syre af Vf. 1.3, 10 til 15 Minutter med hvert. Guldrullerne vaskes gjentagne Gange med destilleret Vand, tørres, glødes og vejes[1]). Deres samlede Vægt i Mgm. giver, multipliceret med 2, Promille Guld. Differensen mellem Guldrullernes og de afdrevne Korns samlede Vægt (formindsket med den tilsatte Sølvmængde) giver,

---

[1]) De to Ruller maae veje aldeles ens.

multipliceret med 2, Promille Sølv. Dog findes Sølvholdigheden i Alm. for lav, fordi en Del Sølv fordamper under Afdrivningen. Det er især med Hensyn hertil vigtigt at kjende sin Afdrivning, Ovnens Hede, Capellernes Beskaffenhed osv. Man maa derfor fra Tid til anden og helst samtidig med de egenlige Prøver, foretage Controlprøver. Disse udføres, idet man i 2 Portioner afvejer saameget Guld og Sølv, som den foreløbige Prøve har vist, at der findes i $0^{Gm}.250$, supplerer Vægten med uædelt Metal til $0^{Gm}.250$ og nu behandler disse Blandinger samtidig med Prøverne. Det Sølvtab, der viser sig, overføres som Correction paa de andre Prøver.

Af Barrer udtages en Prøve af hver Ende (Over- og Underside) tæt ved Kanten, uden at dog Noget af denne tages med. Naar disse Prøver stemme to og to, maa Prøven betragtes som rigtig. I modsat Fald hidrører det fra en mangelfuld Blanding af Metallet, som da maa omsmæltes og omrøres stærkt umiddelbart før Udstøbningen. Ved lavere Guld- og Sølvmængder er det dog ofte meget vanskeligt for ikke at sige umuligt at faae Legeringen homogen, og den skiller sig hyppig ad efter Udstøbningen i selve Formen. Dog er Guldet i saa Henseende ikke saa vanskeligt som Sølvet.

Indeholder Legeringen kun lidet Guld og meget Sølv, foretages Proberingen paa samme Maade, kun tages 2 Gange $0^{Gm}.500$ istedetfor 2 Gange $0^{Gm}.250$ til hver Prøve, og hver afdreven Kugle behandles i en Kolbe for sig, thi Guldet bliver her udskilt i Pulverform, saa at man maa have Guldet af hver Portion for sig for at overbevise sig om, at Intet er gaaet tabt under Arbeidet. Til Bestemmelsen af Sølvet i slige Barrer kan man anvende den vaade Prøve (se ovenfor), naar der ikke er for meget Guld (ikke over

40—50 $^0/_0$) tilstede, som kan omhylle Sølvet og hindre Salpetersyren i at virke derpaa.

Er der Platin i Guldet, hvad en øvet Proberer strax seer paa Kuglerne efter Afdrivningen, maa man tage en Del mere Sølv end 3 Gange Guldets Vægt, idet Platinet, naar en tilstrækkelig, dog ikke for stor Mængde Sølv er tilstede, opløses i Salpetersyre. Man afdriver da paa ny med Tilsætning af 4—5 Dele Sølv, koger med Salpetersyre og gjentager disse Operationer, til Guldet ikke taber mere i Vægt.

IV.

Forskjellige Analyser.

I. Qvantitative Bestemmelser med særligt Hensyn til Pharmacopoea Danica 1868.

1. Syrer, Alkalier og kulsure Alkalier.

Syrerne titreres med norm. Natron, Alkalier og kuls. Alkalier med norm. Svovlsyre, naar Andet ikke udtrykkelig bemærkes. Da det vil være bekvemt, at det forbrugte Antal Cubikcentimetre ligefrem angive Procent Syre, Alkali eller kuls. Alkali, meddeles her den Vægt, der skal afvejes, for at dette skal finde Sted. Af

Acetum	afvejes	$5^{Gm}.10$,	som skal forbruge 4 Ccm.	normal Natron.
Acid. acet.		$5^{Gm}.10$	— 25 —	
Acid. hydrochl. dil.		$3^{Gm}.65$	— 10 —	
Acid. nitric.		$5^{Gm}.40$	— 25 —	
Acid. sulfur. dilut.		$4^{Gm}.00$	— 10 —	
Acid. tartaricum		$7^{Gm}.50$	— 100 —	

Afvejes $3^{Gm}.75$, angive halve Ccm. $^0/_0$ $C_8H_6O_{12}$

Bicarbonas kalicus $10^{Gm}.01$. Ccm. normal Svovlsyre give $^0/_0$ $KO.CO_2.HOCO_2$.

Bicarbon. natricus $8^{Gm}.40$. Ccm. normal Svovlsyre give $^0/_0$ $NaOCO_2.HOCO_2$.

Carbonas kalicus $6^{Gm}.91$. Ccm. normal Svovlsyre give $^0/_0$ $KOCO_2$.

Carbonas kalicus crud. se p. 102 ff.

Carbonas natricus $5^{Gm}.30$. Ccm. normal Svovlsyre give $^0/_0$ $NaOCO_2$.

Carbonas natr. sicc. $5^{Gm}.30$. Ccm. normal Svovlsyre give $^0/_0$ $NaOCO_2$.

Carbonas natr. venal. se p. 102 ff.

Hydras kalicus $5^{Gm}.61$. Ccm. normal Svovlsyre give $^0/_0$ KOHO.

Solutio carbonat. kal. $6^{Gm}.91$. Ccm. normal Svovlsyre give $^0/_0$ $KOCO_2$.

Solutio hydrat. calcici $370^{Gm}.0$. Divideres Ccm. normal Salpetersyre med 100, faaes $^0/_0$ CaOHO.

Solut. hydrat. natric. $4^{Gm}.00$. Ccm. normal Svovlsyre give $^0/_0$ NaOHO.

Supercarbonas ammon. $2^{Gm}.60$. Ccm. normal Oxalsyre eller Salpetersyre give $^0/_0$ NH_4O. Kulsyren kan bestemmes efter Kulstof 3., p. 76.

Af de stærke Syrer er det ikke muligt at afveje bestemte mindre Mængder; man vejer derfor i en lukket Flaske med en ubestemt Mængde Syre, hælder nogle Ccm. deraf i Vand og vejer Flasken igjen. Differensen er den afvejede Mængde, som nu titreres med Natron. Er a den afvejede Mængde Syre i Grammer, b de forbrugte Ccm. Natron, skal for

Acid. hydrochlorat.	$\frac{b}{a}$ være	= 6.86
Acid. hydrochlor. crud.		= 9.1 til 9.3
Acid. nitric. crud.		= 10 (9.8 til 10.2)
Acid. sulfuricum		= 20
Acid. sulfur. crud.		= 18.75 til 19 [1]).

---

[1]) Er A Æqvivalenttallet af det virksomme Stof, bliver i alle Tilfælde, hvor normale Vædsker bruges, Procenttallet $= \frac{b}{a} \cdot \frac{A}{10}$.

Solutio ammoniaci. Man fylder 1 Pipette paa 10 Ccm. nøjagtigt med Vædsken og lader den løbe ud i en vejet Flaske med Glasprop. Vædskens Vægt er a[1]). Derpaa titrerer man 10 andre Ccm. (hvis Vægt a nu kjendes) med normal Oxalsyre. Der forbruges b′ Ccm. Man afmaaler nu b′—1 Ccm. norm. Oxalsyre, lader 10 Ccm. Sol. amm. flyde til og titrerer nu nøjagtigt med Oxalsyre, hvoraf bruges b Ccm. Procentmængden af NH_3 er da $\frac{17\,b}{10\,a}$. Pharm. fordrer $\frac{b}{a} = 5.88$.

Acid. phosphoricum dilut. kan ikke bestemmes ved Titrering. Simplest overmætter man med Ammon, tilsætter en klar Blanding af Ammon, Chlorammonium og svovls. Magnesia osv. (s. p. 67 og 24). 10 Gm. Ac. ph. dil. skal give $1^{Gm}.563$ $2\,MgO.\,PO_5$. Finder man f Gm. pyrofosfors. Magnesia, indeholder Syren $\frac{f}{0.1563}$ $\%\,PO_5$. Iøvrigt kan man ogsaa titrere med eddikes. Uranilte (s. p. 90) efter først at have overmættet Syren med eddikes. Natron. Til $1^{Gm}.000$ Ac. ph. dil. skal bruges 20 Ccm. Uranopløsning.

Anm. Da det oftest indtræffer, at man har en stærkere Opløsning, som skal fortyndes til Pharm.s Styrke, angives her nogle Regler, som gjælde for alle Opløsninger.

1°. Skal en Opløsning, som indeholder p + n Procent af det virksomme Stof, fortyndes til p Procent, maa der til v Vægtdele af Opløsningen sættes $\frac{v}{p}$ n Vægtdele Vand.

2°. Har man Tabeller, som med tilstrækkelig Nøjagtighed angive de til Opløsningens Vægtfylde svarende Procenttal, kan man efter 1° fortynde en Opløsning af Vægtfylden d′ (svarende til p + n Procent) til en Vægtfylde

---

[1]) $\frac{a}{10}$ er Vægtfylden.

d (svarende til p Procent). Til v Vægtdele sættes som før $\frac{v}{p}$ n Vægtdele Vand.

3°. Ofte vil det være bekvemmere at maale Vædskerne end at veje dem. Kjender man altsaa Opløsningens Rumfang (r Ccm.) og Vægtfylde d′ ved 16°, vil v være = r d′ Gm. Til r Rumfang af Opløsningen sættes da $\frac{r\,d'}{p}$ n Gm. Vand. Men da Litrekolben ved 16° rummer 999 Gm. Vand (s. p. 82), vil $\frac{r\,d'}{p}$ n Gm. Vand være

$$= \frac{r\,d'}{p}n + \frac{r\,d'\,n}{1000\,p} \text{ Ccm.}^{1)}.$$

Ex. Man har 13 Kilogr. Solut. chloret. ferr., som indeholder 42 % $Fe_2\,Cl_3$ og vil reducere den til Pharm.s Styrke 10 % Fe = 29.0 % $Fe_2\,Cl_3$. Her er v = 13000, p = 29.0, n = 42 — 29.0 = 13.0. Der skal altsaa tilsættes $5827^{Gm}.5$ Vand. Vægtfylden af den stærke Opløsning er ved 16° 1.4482. Har man altsaa f. Ex. 10 Litre af denne, skal hertil sættes $\frac{10000 \times 1.4482 \times 13.0}{29.0}$ = 6492 Gm. eller 6492 + 6.492 = 6498.5 Ccm. Vand.

2. Andre af de i Pharmacopoen opførte Stoffer.

Aqva amygdal. amar. Fremgangsmaaden er beskreven i Pharm., kun bemærkes, at man her passende lader Vægtdele betyde Decigrammer. Til 24 Gm. Aqva amygd. am. skal da bruges 10 Gm. af den foreskrevne Sølvopløsning.

Bitartras kalicus kan titreres med normal Natron. Afvejes $9^{Gm}.405$, give halve Ccm. normal Natron hele % $KO.HO.C_8H_4O_{10}$.

---

[1]) egenlig $\frac{r\,d'\,n}{p} + \frac{r\,d'\,n}{999\,p}$, men den Unøjagtighed, der fremkommer ved at bruge ovenstaaende Udtryk, der letter Regningen betydeligt, er aldeles forsvindende.

Brometum kalicum. Naar man først har overbevist sig om, at det ikke indeholder andre Urenheder end Chlor, afvejes $1^{Gm}.191$ svagt glødet Brom. kal. og titreres med $\frac{1}{10}$ norm. salpeters. Sølvopløsning (s. p. 88). Forbruges heraf nøjagtigt 100 Ccm., er Brom. kal. rent; forbruges 100 + b Ccm., indeholder det $\frac{b}{0.5974}$ (meget nær $\frac{5}{3}$ b Proc. Chlorkalium.

Calx chlorata. Pharm.s Prøve beroer paa, at

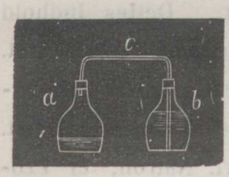
$$Ca\,O\,Cl\,O + 2\,H\,Cl = Ca\,Cl + 2\,H\,O + 2\,Cl$$

$$6\,(Fe\,O, S\,O_3) + 3\,Cl = 2\,(Fe_2\,O_3 . 3\,S\,O_3) + Fe_2\,Cl_3 \text{ og}$$

$$10\,(Fe\,O\,S\,O_3) + 8\,H\,Cl + K\,O\,Mn_2\,O_7 = K\,Cl + 2\,Mn\,Cl$$

$$+ 5\,Fe_2\,O_3 \begin{cases} 10\,S\,O_3 \\ 5\,H\,Cl \end{cases} + 3\,H\,O.$$

Hvis det frigjorte Chlor altsaa ikke er istand til at ilte alt det tilsatte Jernforiltesalt, vil det manganovers. Kali affarves (s. p. 97 f.). Man afvejer $3^{Gm}.9$ kryst. tveiltefrit Jernvitriol, som opløses i Vand uden Luftens Adgang. Dette skeer ved at bringe det vejede Foriltesalt i en Kogeflaske a tilligemed stærk Saltsyre og lidt tvekuls. Natron og derpaa ved Røret c hurtigt forene a med b, som indeholder destilleret Vand, og hvis Prop har et Udsnit. Ved Kogning opløses Saltet i a; naar man afkøler, stiger Vandet i b tilbage og afkøler og fortynder Vædsken i a. Hertil sættes nu $2^{Gm}.5$ Chlorkalk, som man har udrevet med Vand (s. p. 95). Naar en Draabe Chamæleon ikke affarves af Blandingen, indeholder Chlorkalken mindst 20 % virksomt Chlor. Dettes virkelige Mængde findes sikkrest efter p. 95 f.



Chloretum ferrico-ammonicum. Jernet fældes med Ammon osv. (s. p. 29). $5^{Gm}.000$ skal give $0^{Gm}.1428$ $Fe_2\,O_3$. Eller man gjør Opløsningen sur, reducerer med

Zink og bestemmer Jernmængden med Chamæleon (s. p. 98), hvor der tillige er angivet, hvormeget der skal afvejes, for at Ccm. Chamæleon skal give $^0/_0$ Jern.

Ferrum reductum. Pharm.s Prøve er langvarig og kan af flere Grunde ikke give noget meget nøjagtigt Resultat. Den simpleste Maade, hvorpaa Mængden af metallisk Jern i dette Præparat bestemmes, er følgende. Man opløser a Vægtdele[1]) Handelsjod i Jodkalium og titrerer det med $\frac{1}{10}$ normal svovlundersyrl. Natron (p. 92). Hertil bruges b Ccm. Forholdet $\frac{b}{a} = n$ noteres paa Jodglasset. Derpaa afvejes $0^{Gm}.280$ Ferr. red. og bringes i et Prøveglas med noget Vand. En afvejet Mængde Jod a_2, mindst $1^{Gm}.2$, bringes i samme Glas, og det Hele opvarmes svagt. Efter et Øjebliks Forløb giver Reactionen mellem Jod og Jern sig tilkjende ved en hvislende Lyd. Man lader staae hen til Afkøling; derpaa opvarmer man igjen svagt, lader staae hen og gjentager dette endnu engang. Under hele Operationen sees ingen Joddampe i Glasset. Dettes Indhold bringes nu over i et lille Bægerglas tilligemed Vaskevandet. Man tilsætter Stivelseopløsning og titrerer med $\frac{1}{10}$ svovlundersyrlet Natron. Affarvningen kjendes meget sikkert. Forbruges hertil b_2 Ccm. svovlundersyrl. Natron, er Procentmængden af met. Jern =

$$n\,a_2 - b_2.$$

Afvejes ikke nøjagtigt $0^{Gm}.280$ Ferr. reduct. (hvilket tager nogen Tid, men letter Regningen), men f. Ex. v Vægtdele, er Procentmængden =

$$\frac{28\,(n\,a_2 - b_2)}{100\,v}\ ^{2})$$

---

[1]) Da Jod angriber Vægten under Vejningen, udføres denne efter p. 5 nederst.

[2]) Paa denne Maade har jeg i et Ferr. red. i 3 Forsøg, der tilsammen varede lidt over en Time, fundet 74.5, 74.7, 74.8 $^0/_0$ met. Jern.

Har man chem. rent Jod til Disposition er

$$n = \frac{10000}{127} = 78.74.$$

Men ligesaa vigtig som Jernmængden synes Kulstofmængden og Svovlmængden at være. Hvorledes disse kunne bestemmes se p. 113.

Jodetum Kalicum. Naar man har overbevist sig om, at Forbindelsen ikke indeholder andre fremmede Stoffer end Chlor, opløses $1^{Gm}.661$ af det svagt glødede Salt i Vand og titreres med $\frac{1}{10}$ norm. salpeters. Sølv (s. p. 88). Bruges heraf nøjagtigt 100 Ccm., er Forbindelsen ren; bruges 100 + b, indeholder den $\frac{b}{1,2277}$ % K Cl.

Nitras argenticus bis mitigatus skal indeholde 33.1 % $AgONO_5$. Det kan prøves efter Pharm. eller med $\frac{1}{10}$ norm. Chlornatrium (p. 88). Afvejes $1^{Gm}.700$ og opløses i Vand, skal der forbruges 33.1 Ccm. $\frac{1}{10}$ norm. Chlornatrium. Man tilsætter da et lille Overskud, derpaa et Par Draaber neutr. chroms. Kali og titrerer tilbage med $\frac{1}{10}$ Sølvopløsning. Differensen mellem de brugte Ccm. Chlornatrium og Sølvopløsning giver % $AgONO_5$.

Phosphas natricus og Phosphas natr. sicc. Vandmængden bestemmes ved Glødning. Resten er $2NaO.PO_5$. $1^{Gm}.000$ Phosph. natr. taber ved Glødning $0^{Gm}.6285$, 1 Gm. P. natr. sicc. $0^{Gm}.504$. Fosforsyremængden kan be-

---

At bestemme den udviklede Brintmængde paa ganske lignende Maade, som den, der er beskrevet i Mohrs Titrirmethoden 1862 p. 458, giver ogsaa tilfredsstillende Resultater, navnlig naar man blander Jernet med noget Platinpulver. I 4 Forsøg, der tilsammen varede 3 Timer, fandt jeg i samme Ferr. reduct. som ovenfor: 73.1, 72.8, 73.7, 73.5 % met. Jern, men Methoden compliceres ved, at der her nødvendig maa tages Hensyn til Tryk og Temp. Ellers udsætter man sig for Fejl paa en halv Snes Procent.

stemmes enten som pyrofosfors. Magnesia (p. 67 og 24) eller ved Titrering med eddikes. Uranilte (p. 90).

Solutio arseniatis natrici. Man kan inddampe 500 Gr. betydeligt og enten gaae frem efter p. 58 ned. (man skal finde $0^{Gm}.598$ arsens. Magnesia-Ammon) — eller blande den inddampede Opløsning med en salpeters. Opløsning af $0^{Gm}.500$ Claverstrænge (rent Jern). Naar man nu overmætter med Ammon, udskilles al Arsensyre i Forbindelse med Jerntveiltet. Ved Henstand paa et varmt Sed samler Bundfaldet sig let; det udvaskes fuldstændigt. Derpaa tørres det, skilles fuldstændig fra Filtret og opvarmes først i længere Tid svagt (for at udjage Spor af Ammonsalte); derpaa glødes det svagt og vejes. Hvad man faaer mere end den beregnede Mængde Fe_2O_3 (100 Dele Jern giver 142.7 Fe_2O_3) er Arsensyre (AsO_5). Den glødede Masse skal altsaa veje $0^{Gm}.7135 + 0^{Gm}.36 = 1^{Gm}.0735$.

Solutio chloret. ferrici. Man bestemmer Jernet efter Jern 1. (p. 29). $5^{Gm}.000$ skal give $0^{Gm}.714$ Fe_2O_3. Eller man reducerer med Zink og titrerer med Chamæleon (p. 98).

Solut. chloret. ferrici spir. Man afdamper $5^{Gm}.000$ i Vandbadet, til al Alkohol er fordampet, opvarmer med lidt Salpetersyre eller chlors. Kali og Saltsyre, fortynder og behandler Opløsningen som Sol. chlor. ferr. De 5 Gm. skal give $0^{Gm}.285$ Fe_2O_3.

Solut. chloret. stibici. Antimonet kan bestemmes efter Antimon 1 (p. 54). Eller man kan fælde med Vand, opløse i Vinsyre, overmætte svagt med kuls. Natron og titrere med $\frac{1}{10}$ normal Jodopløsning, ganske som man titrerer en Opløsning af Arsensyrling i kuls. Natron med Jod (s. p. 95). Man afvejer $6^{Gm}.1$ Sol. chlor. stib., behandler i Halvlitrekolben paa den anførte Maade, fylder op

til Mærket og ryster godt. 50 Ccm. af den klare Opløsning titreres efter Tilsætning af Stivelse med Jodopløsning. De forbrugte Ccm. $\frac{1}{10}$ normal Jodopløsning give Procent Antimon.

Solutio chlori. Pharm.s Bestemmelse udføres som ved Calx chlorata. For at bestemme den virkelige Chlormængde i Chlorvand, kan man lade 17.75 Ccm. flyde til et Overskud af en Jodkaliumopløsning og titrere det frie Jod med $\frac{1}{10}$ svovlundersyrl. Natron (s. p. 93) eller lade den flyde ud i et Overskud af $\frac{1}{10}$ arsensyrlet Natron og bestemme Overskuddet af Arsensyrling med $\frac{1}{10}$ Jodopløsning (s. p. 95). Skjøndt 17.75 Ccm. Chlorvand ikke ere nøjagtigt 17.75 Gram, vil man dog med tilstrækkelig Nøjagtighed faae Procent Chlor angivet ved at dividere de forbrugte Ccm. svovlundersyrlet Natron eller arsensyrlet Natron med 50.

Solut. iodi spirit. $12^{Gm}.7$ titreres med $\frac{1}{10}$ norm. svovlundersyrl. Natron til Affarvning. De brugte Ccm. angive Tiendedele Procent Jod.

Solut. nitrat. hydrargyrosi. Er Opløsningen tveiltefri, kan alt Kviksølv fældes med Chlornatrium som Hg_2 Cl. Bundfaldet udvaskes, tørres ved 100° og vejes paa et ved 100° tørret og vejet Filtrum.

Solut. subacetat. ferrici. $2^{Gm}.000$ af Opløsningen afvejes og fortyndes stærkt, man tilsætter eddikes. Natron og koger. Iøvrigt se Jern 2. p. 29. Man skal finde $0^{Gm}.228$ Fe_2 O_3.

Solut. subacet. ferr. spir. æther. $5^{Gm}.000$ afdampes til Tørhed i Vandbadet. Resten opløses i svag Salpetersyre og behandles efter Jern, 2. p. 29. Man skal finde $0^{Gm}.428$ Fe_3 O_3.

Solut. subacet. plumbici. Det synes at fremgaae af Navnet i Pharm. N. og af de opgivne Forhold, at det er Saltet $2(PbO.C_4H_3O_3) + PbOHO$, hvoraf Vædsken skal indeholde 20 %. Afvejes $1^{Gm}.000$, tilsættes Svovlsyre og afdampes forsigtigt til Tørhed og glødes, skal man faae $0^{Gm}.204$ $PbOSO_3$ tilbage:

Solut. sulfat. ferrici analyseres som Sol. chloret. ferrici. De samme Tal gjælde.

Subnitras bismuthicus har i Alm. Formlen $BiO_3.NO_5.2HO$. Halvdelen af Vandet gaaer bort ved 100°. Vismutiltemængden findes i alt Fald let ved Glødning, idet Saltet efterlader rent BiO_3, naar det iøvrigt er rent.

Sulphidum stibicum. Antimonmængden kan bestemmes ved at opvarme den godt udvaskede og tørrede Forbindelse til 200°—230° (se Antimon 1. p. 54) eller ved at opløse $0^{Gm}.610$ i varm Saltsyre, bortkoge Svovlbrinten, tilsætte Vinsyre, fortynde med Vand, filtrere fra det udskilte Svovl, overmætte svagt med kuls. Natron og titrere den klare Vædske med $\frac{1}{10}$ normal Jodopløsning (se Sol. chlor. stib.). Ccm. Jodopløsning give % Antimon.

Superoxydum mangan. se Brunsten p. 100.

Tartras ferrico. Kalicus. For at bestemme Jernmængden afvejes omtrent 1 Gm. i en lille Porcellainsdigel og glødes under Luftens Adgang. Derpaa glødes den tilbageblivende (kulholdende) Masse i en Strøm af tør Ilt (paa samme Maade som Svovlzink i Brint se Zink 2 c p. 35). Resten (Jerntveilte + kuls. Kali) bringes over i et Bægerglas og opløses i varm, stærk Saltsyre; hvad der hænger fast ved Diglen opløses i selve denne paa samme Maade, og denne Vædske forenes med Hovedmassen. Nu kan Jernet fældes med Ammon paa sædvanlig Maade se p. 29.

Tartras stibico. Kalicus. $0^{Gm}.610$ opløses i kuls. Natron og titreres med $\frac{1}{10}$ normal Jodopløsning (se Sol. chlor. stib.). Ccm. af Jodopløsningen give Procent Antimon.

De til Udførelsen af farmaceutiske Titreranalyser nødvendige Apparater ere kun en Litreflaske, en Pipette paa 10—12 Ccm. inddelt i Tiendedele Ccm., 2 Mohrske Buretter med Svømmer og inddelte i Tiendedele Ccm. De allerfleste Operationer kunne udføres med normal Natron, normal Svovlsyre, $\frac{1}{10}$ normal salpeters. Sølvilte, $\frac{1}{10}$ norm. Jodopløsning og til denne svarende Opløsninger af arsensyrlet og svovlundersyrl. Natron.

II. Urinanalyse.

Chlornatrium.

1. Den sikkreste Methode er at lade 5.85 Ccm. Urin af en Burette flyde ud i en Platinskaal, tilsætte 1 Gm. chlorfrit Salpeter, afdampe til Tørhed og derpaa efterhaanden forhøje Temperaturen til Glødhede. Den farveløse Rest opløses i Vand, man mætter det kuls. Natron med salpeters. Kalk, tilsætter uden at filtrere 2 Draaber neutr. chroms. Kali og titrerer med $\frac{1}{10}$ normal Sølvopløsning (se p. 88). De forbrugte Ccm. Sølvopløsning, dividerede med 10, give $^0/_0$ Na Cl i Urinen.

2. Med salpeters. Kviksølvtveilte. Denne Methode beroer paa, at en urinstofholdende Kogsaltopløsning ikke giver Bundfald med salpeters. Kviksølvtveilte, før alt Chlornatrium er omdannet til Sublimat. Naar dette Punkt er naaet, giver den første Draabe Kviksølvopløsning et blivende

og meget kjendeligt Bundfald (ikke en Opalisering). I Almindelighed benyttes en Kviksølvopløsning, hvoraf 1 Ccm. mætter $0^{Gm}.010$ Na Cl. Man opløser derfor $23^{Gm}.17$ rent Kviksølvchlorid i Vand, fælder med Natron, udvasker Bundfaldet fuldstændigt, opløser det i den mindst mulige Mængde Salpetersyre, afdamper til Syrupstykkelse og fortynder med Vand til 1 Litre. Opløsningen prøves med en ren Chlornatriumopløsning (der dannes ved at opløse $10^{Gm}.000$ rent glødet Na Cl i Vand og fortyndes til 1 Litre) og med en Urinstofopløsning, der indeholder 4 Gm. Urinstof i 100 Ccm. Man afmaaler 20 Ccm. Chlornatrium, tilsætter 3 Ccm. Urinstofopløsning og 5 Ccm. af en mættet Opløsning af Glaubersalt. Til denne Blanding skal bruges nøjagtig 20 Ccm. af Kviksølvopløsningen. Er denne for stærk — og det kan vel være en Lettelse at gjøre den noget for stærk —, hvis der altsaa kun bruges 20—a Ccm. Kviksølvopløsning, skal der for hver 20—a Ccm. tilsættes a Ccm. Vand.

I Urinen maa man ved denne Prøve først fjerne de fosforsure Salte. Man tilbereder derfor en Opløsning af 1 Rumfang koldt mættet salpeters. Baryt og 2 Rf. koldt mættet Barytvand. 40 Ccm. Urin blandes med 20 Ccm. af denne Opløsning, man filtrerer gjennem et tørt Filtrum, tager 15 Ccm. af denne Vædske (= 10 Ccm. Urin), neutraliserer forsigtigt med svag Salpetersyre og titrerer med Kviksølvopløsningen. De forbrugte Ccm. give Gm. Chlornatrium i 1000 Ccm. Urin.

Indeholder Urinen Albumin, gaaer man frem, som naar Urinstof skal bestemmes i albuminøs Urin.

Urinstof.

Her skal kun omtales Liebigs Methode, der beroer paa, at en Urinstofopløsning fuldstændig fældes af salpeters.

Kviksølvtveilte, og at naar der er tilsat et lille Overskud af dette Salt, en Draabe af den ovenstaaende Vædske med en Draabe kuls. Natron giver et gult Bundfald. Det har vist sig, at Kviksølvopløsningen, for at denne Reaction skal indtræde, maa indeholde $7^{Gm}.72$ istedetfor $7^{Gm}.20$ Kviksølvilte paa 1 Gm. Urinstof. Man danner da en Opløsning af salpeters. Kviksølvtveilte, der i 1 Liter indeholder $77^{Gm}.20$ Hg O. Dette kan ske ved at behandle $96^{Gm}.86$ rent Kviksølvchlorid paa den under Chlornatrium 2. (p. 132) beskrevne Maade. Opløsningen prøves med en Urinstofopløsning, der i 100 Ccm. indeholder $2^{Gm}.000$ Urinstof. 10 Ccm. af denne skal forbruge 20 Ccm. Kviksølvopløsning, og en Draabe af den ovenstaaende Vædske skal give en gul Farve med kuls. Natron. Ogsaa her turde det være lettest at gjøre Kviksølvopløsningen noget stærkere og efter Prøven fortynde den til den rette Styrke (se p. 132).

I Urinen maa ved denne Prøve de fosforsure Salte først fjernes. Man blander derfor 40 Ccm. Urin med 20 Ccm. Barytopløsnig (se p. 132), filtrerer gjennem et tørt Filtrum, udtager 15 Ccm. af Filtratet (= 10 Ccm. Urin), som her ikke behøve at neutraliseres, og lader Kviksølvopløsning flyde til af en Mohrsk Burette, saalænge man seer Bundfaldet forøges. Naar dette ikke længer synes at finde Sted, hælder man nogle Draaber af Vædske (og Bundfald) paa et Uhrglas og tilsætter 1 Draabe kuls. Natron. Beholder Blandingen sin hvide Farve, hældes den tilbage, og man maa lade mere Kviksølvopløsning flyde til. Man prøver paa ny og fortsætter, indtil den gule Farve viser sig. Det brugte Antal Ccm. give Gm. Urinstof i 1000 Ccm. Urin.

Imidlertid ere nogle Correctioner nødvendige, naar Urinen indeholder betydeligt mere eller betydeligt mindre end 2 % Urinstof. I første Tilfælde kommer man til at

tilsætte for lidt Kviksølvopløsning, i sidste for meget (idet jo Kviksølvopløsningen indeholder et Overskud af Kviksølvsalt). Den første Feil undgaaes, idet man, naar man til n Ccm. Urin bruger 2 n + a Ccm. Kviksølvopløsning, før Prøven med kuls. Natron tilsættes $\frac{a}{2}$ Ccm. Vand. Den Fejl, der indtræder i Uriner, som indeholde mindre end 2 % Urinstof, undgaaes ved at trække 0.1 a Ccm. fra det forbrugte Antal Ccm. Kviksølvopløsning, naar man til n Ccm. Urin har maattet anvende 2 n—5 a.

Indeholder Urinen 1 til 1.5 % Chlornatrium, vil dette ifølge Chlornatrium 2. influere paa Urinstofbestemmelsen og maa derfor først fjernes. Dette sker ved en Sølvopløsning, som dannes ved at opløse $14^{Gm}.537$ smeltet salpetersurt Sølvilte i Vand og fylde op til 500 Ccm. Denne Sølvopløsning svarer til den under Chlornatrium 2. nævnte Kviksølvopløsning. Har man altsaa til 15 Ccm. med Barytopløsning fældet Urin (= 10 Ccm. ublandet Urin) brugt a Ccm. Kviksølvopløsning til Chlornatriumbestemmelsen, afmaales nu 30 Ccm. af samme med Baryt fældede Urin; man tilsætter 2 a Ccm. Sølvopløsning, tager 15 + a Ccm. af Filtratet (= Ccm. Urin) og bestemmer heri Urinstoffet som sædvanligt, idet man erindrer, at denne Urin er fortyndet, og at man derfor sandsynligvis maa anbringe den for svage Urinstofopløsninger gjældende Correction.

Hvis Urinen indeholder Albumin, maa dette først fjernes. Reagerer Urinen ikke tydeligt sur, sætter man til 50 Ccm. 1—2 Draaber Eddikesyre, bringer ved Kogning Albuminen til at coagulere, filtrerer gjennem et lille Filtrum og vasker omhyggeligt med Vand. Filtratet fyldes op til 100 Ccm. Man tilsætter 25 Ccm. Barytopløsning og bestemmer Urinstoffet i 25 Ccm. af Filtratet (= 10 Ccm. Urin), idet man anbringer Correctionen for svage Urinstofopløsninger.

Fosforsyre

kan i Urinen bestemmes ved Titrering med eddikes. Uranilte, idet man gaaer frem ganske som sædvanligt (s. p. 90).

Kvælstof.

Urinens hele Kvælstofmængde bestemmes hensigtsmæssigt ved Glødning med Natronkalk i en stærk Glaskolbe paa omtr. 100 Ccm. og med en Hals paa 10—12 Cm.s Længde. Man bringer 5 Ccm. Urin i Kolben, hælder dernæst nylig udglødet og afkølet Natronkalk deri og lukker den hurtigt med en dobbelt gjennemboret Kautschukprop, hvori man har anbragt 2 Glasrør, et lige, som naaer næsten ned til Natronkalken, og som over Proppen er trukket ud i en Spids og tilsmæltet, og et andet dobbeltbøjet, som sættes i Forbindelse med det p. 110 afbildede Kuglerør, hvori der findes et afmaalt Rumfang normal Svovlsyre. Derpaa anbringes Kolben i et saa dybt Sandbad, at næsten hele Kuglen er omgivet af Sand, og opvarmes over en enkelt Bunsensk Lampe. For at der ikke skal afsætte sig Vanddraaber paa den Del af Kolben, som ikke er omgivet af Sand, anbringes om Halsen et Blikhylster, der næsten naaer Proppen. Dette er skaaret op langs den ene Side og fjedrer saameget, at det med Lethed kan skydes ned over Kolbens Hals. En halv Times Glødhede er nok til at uddrive alt Kvælstof i Form af Ammoniak. Tilsidst knibes Spidsen af det lige Glasrør, og man suger i længere Tid Luft gjennem Apparatet. Kvælstofbestemmelsen udføres derpaa aldeles paa den p. 111 nærmere beskrevne Maade.

Ammoniak.

Urinens Ammoniakmængde kan ikke bestemmes paa sædvanlig Maade, fordi Urinstoffet forholdsvis let omdannes

til kuls. Ammon. Hensigtsmæssigt benyttes det samme Apparat som til Kvælstofbest. i Urinen, kun at man istedetfor Natronkalk til 20 Ccm. Urin anvender 20 Ccm. tynd Kalkmælk, og istedetfor at lade det lige Glasrør munde over Blandingen lader det gaae ned deri. Heller ikke anvendes Varme, men ved Hjælp af en Aspirator suger man i længere Tid Luft gjennem Apparatet. Ammoniakbestemmelsen udføres iøvrigt ganske som Kvælstofbestemmelsen.

Sukker

bestemmes ved Titrering med en Opløsning af vinsurt Kobberilte-Natron, som nemlig ved Kogning med en Sukkeropløsning reduceres under Udskillelse af Kobberforilte. Kobberopløsningen holder sig just ikke godt, navnlig i Lyset; det er derfor hensigtsmæssigst kun at tilberede Saameget ad Gangen, som kan strække til for kort Tid. Det vil være det Simpleste at opløse $34^{Gm}.639$ rent, krystalliseret svovls. Kobberilte i Vand og fylde op til 250 Ccm.; fremdeles opløses 173 Gm. rent, krystalliseret, vins. Kali-Natron i 480 Ccm. ren Natronlud af Vf. 1.14 og fyldes op til 500 Ccm. Disse Opløsninger opbevares hver for sig. Til Brug blandes 25 Ccm. af Kobberopløsningen med 50 Ccm. af den alkaliske Opløsning af Seignettesalt og Blandingen spædes op til 100 Ccm. 10 Ccm. af denne saaledes tilberedte Vædske svarer til $0^{Gm}.050$ vandfrit Druesukker.

Ved Titreringen maa saavel Kobber- som Sukkeropløsningen fortyndes betydeligt. Passende sætter man til 10 Ccm. af Kobberopløsningen omtr. 40 Ccm. Vand og opvarmer denne Blanding i en Porcellainsskaal til henimod Kogepunctet. Dernæst fortynder man 5 Ccm. Urin til 100 Ccm., bringer denne Vædske i en Burette og lader den løbe til

Kobberopløsningen, indtil denne er fuldstændig reduceret, til den altsaa viser sig farveløs. Det første Bundfald viser sig ikke rødt i den blaa Vædske, men efterhaanden som denne affarves, bliver Bundfaldets Farve livligere rød. Naar det viser sig højrødt, tages Skaalen af Ilden, Kobberforiltet sætter sig hurtigt, og ved at hælde Skaalen kan man med det hvide Porcellain som Baggrund forholdsvis let skjelne, om Vædsken endnu har en blaalig Tone. Er man i Tvivl, filtreres lidt af Vædsken ned i et Prøveglas, man tilsætter en Draabe af den fortyndede Urin og opvarmer. Fremkommer herved en rødgul Sky, hældes Prøveglassets Indhold tilbage, og man tilsætter endnu nogle Draaber Sukkeropløsning. Hvis man har tilsat for meget Sukkeropløsning, viser dette sig ved, at den udtagne Prøve er brunlig (Natron sønderdeler Druesukker). I Reglen opnaaer man ved den første Titrering kun en Tilnærmelse til det rigtige Resultat. Derfor gjentages Forsøget, idet man fra den første Prøve ved, hvormeget Sukkeropløsning man med Sikkerhed kan sætte til, og derpaa gaaer frem med 2 Draaber ad Gangen.

Indeholder Urinen Albumin, tilsætter man en Draabe Eddikesyre, koger, filtrerer den coagulerede Masse fra, udvasker og fortynder, om nødvendigt, Filtratet.
