

Die Prüfung der käuflichen Reagentien zur Elementaranalyse auf ihre Reinheit¹

von

Prof. Dr. **M. v. Nencki** in Bern.

(Vorgelegt in der Sitzung am 9. Mai 1889.)

Unter dem Titel: „Die Prüfung der chemischen Reagentien auf Reinheit“² ist vor kurzem von Dr. C. Krauch, Chemiker in der Fabrik von E. Merck in Darmstadt, ein kleines Büchlein erschienen. In der Einleitung zu seiner Schrift sagt der Verfasser: Der Zweck derselben sei, für die gebräuchlichsten Reagentien Untersuchungsvorschriften zu geben, nach welchen man, bei guter und sorgfältiger Herstellung der Präparate, deren Reinheit garantiren kann. Herr Dr. Krauch bemerkt ferner, dass die Firma E. Merck von jetzt ab die Reinheit der Reagentien, welche sie in den Handel bringt, nach den in seiner Schrift aufgezeichneten Methoden garantiren und so einen „Anfang mit der Beschaffung von Reagentien nach bestimmter Garantie machen wird.“

Es ist nun zu erwarten, dass das lobenswerthe Vorgehen des Hauses E. Merck auch von anderen Fabriken chemischer Producte nachgeahmt werden wird. Gerade aber die Vorschriften des Dr. Krauch zur Prüfung der wichtigsten Reagentien im Laboratorium, nämlich des für Elementaranalysen verwendeten Kupferoxyds und des Bleichromats, sind nach meinen Erfahrungen ungenügend, was mich zu folgender Mittheilung veranlasst.

Um das Cuprum oxydatum pur. granulat. (CuO) auf Verunreinigungen zu prüfen, giebt der Verfasser folgende 4 Vorschriften (S. 30).

¹ Akad. Anzeiger Nr. XI.

² Darmstadt, Verlag von L. Brill. 1888.

- a) 100 g entwickeln bei Erhitzen und Überleiten von Luft keine sauren Dämpfe.
- b) 2 g werden mit Salzsäure gelöst und mit Wasser auf 100 cm³ verdünnt; die Lösung ist fast klar. Sie wird mit Schwefelwasserstoff ausgefällt und das Filtrat vom Schwefelwasserstoffniederschlag verdunstet, wobei nur ein geringer Rückstand (wenig Eisen) verbleibt.
- c) Die salzsaure Lösung (1:50) wird weder durch Chlorbarium, noch durch Schwefelsäure getrübt.
- d) 20 g werden mit 50 ccm³ Wasser auf dem Wasserbade erhitzt, das Wasser abgossen und eingedampft, wobei kein wägbarer Rückstand verbleibt.

Das käufliche Kupferoxyd für Elementaranalysen enthält aber häufig Kalk. Diese Verunreinigung, im Falle der Kalk als Carbonat beigemischt ist, kann höchstens bei der Prüfung sub *b* erkannt, aber auch sehr leicht übersehen werden. Auf den Kalkgehalt des käuflichen Kupferoxyds wurde ich zuerst durch meinen Freund, Herrn Dr. Kostanecki in Mühlhausen, aufmerksam gemacht. Ein grobkörniges Kupferoxyd für Elementaranalysen, von einer bestrenomirten deutschen Fabrik bezogen, enthielt 0.39% CaO. Einen noch grösseren Kalkgehalt enthielt das von der gleichen Fabrik bezogene pulverige Kupferoxyd. Das Präparat wurde mit verdünnter Essigsäure in der Wärme extrahirt und nach Entfernung des gelösten Kupfers durch Schwefelwasserstoff mit oxalsaurem Ammon gefällt. Die Menge des CaO war hier 1.02%. Die dadurch verursachten Fehler bei Analysen, Verlust an Mühe, Zeit und häufig kostbarem Material, kann leicht jeder Chemiker bemessen. Auch von anderen Fabriken bezogene Muster erwiesen sich mehr oder weniger kalkhaltig; nur wenige waren frei davon. Wo der übrigens leicht zu entfernende Kalk herrührt, da bei der geringen Menge davon ein absichtlicher Zusatz kaum denkbar ist, darüber lässt sich nichts Bestimmtes sagen. Die wahrscheinlichste Quelle wäre das zum Auswaschen benutzte, mehr oder weniger kalkhaltige, nicht destillierte Wasser.

Anders verhält es sich mit dem chromsauren Blei. Vor etwa einem Jahre bezog ich aus einer bekannten chemischen Fabrik Norddeutschlands Bleichromat, gepulvert für Elementar-

analyse, das mir schon durch seine helle Farbe auffällig war. Das Präparat wurde mit verdünnter Essigsäure, worin chromsaures Blei unlöslich ist, behandelt und das Filtrat mit Schwefelsäure ausgefällt. Die Menge des aus dem erhaltenen Bleisulfat berechneten Bleioxyds war hier 13·27%. Diese absichtliche Verfälschung ist allerdings viel seltener, als wie der Kalkgehalt des Kupferoxyds. Seit dieser Beobachtung unterlasse ich jedoch nie, auch das käufliche Bleichromat auf seine Reinheit zu prüfen. Keinesfalls ist jedoch die von Dr. C. Krauch hierauf bezügliche Vorschrift (S. 54) genügend. Sie lautet: „Plumbum chromic. pur. (CrO_4Pb). Gelbbraunes Pulver. Beim Glühen entwickelt sich keine Kohlensäure“.
