

Denne fil er downloadet fra
Danmarks Tekniske Kulturarv
www.tekniskkulturarv.dk

Danmarks Tekniske Kulturarv drives af DTU Bibliotek og indeholder scannede bøger og fotografier fra bibliotekets historiske samling.

Rettigheder

Du kan læse mere om, hvordan du må bruge filen, på *www.tekniskkulturarv.dk/about*

Er du i tvivl om brug af værker, bøger, fotografier og tekster fra siden, er du velkommen til at sende en mail til *tekniskkulturarv@dtu.dk*

LB

Luend Møller

Preparatø Kemi

~~1914~~

1914

542

#. 542.

216

542



542

Indeholder:

Møller Kortt Vejledning i prepar. Kemii
Møller Beregningen af den kvantit.
Analyse.

Antaget af S. Jessen
1898

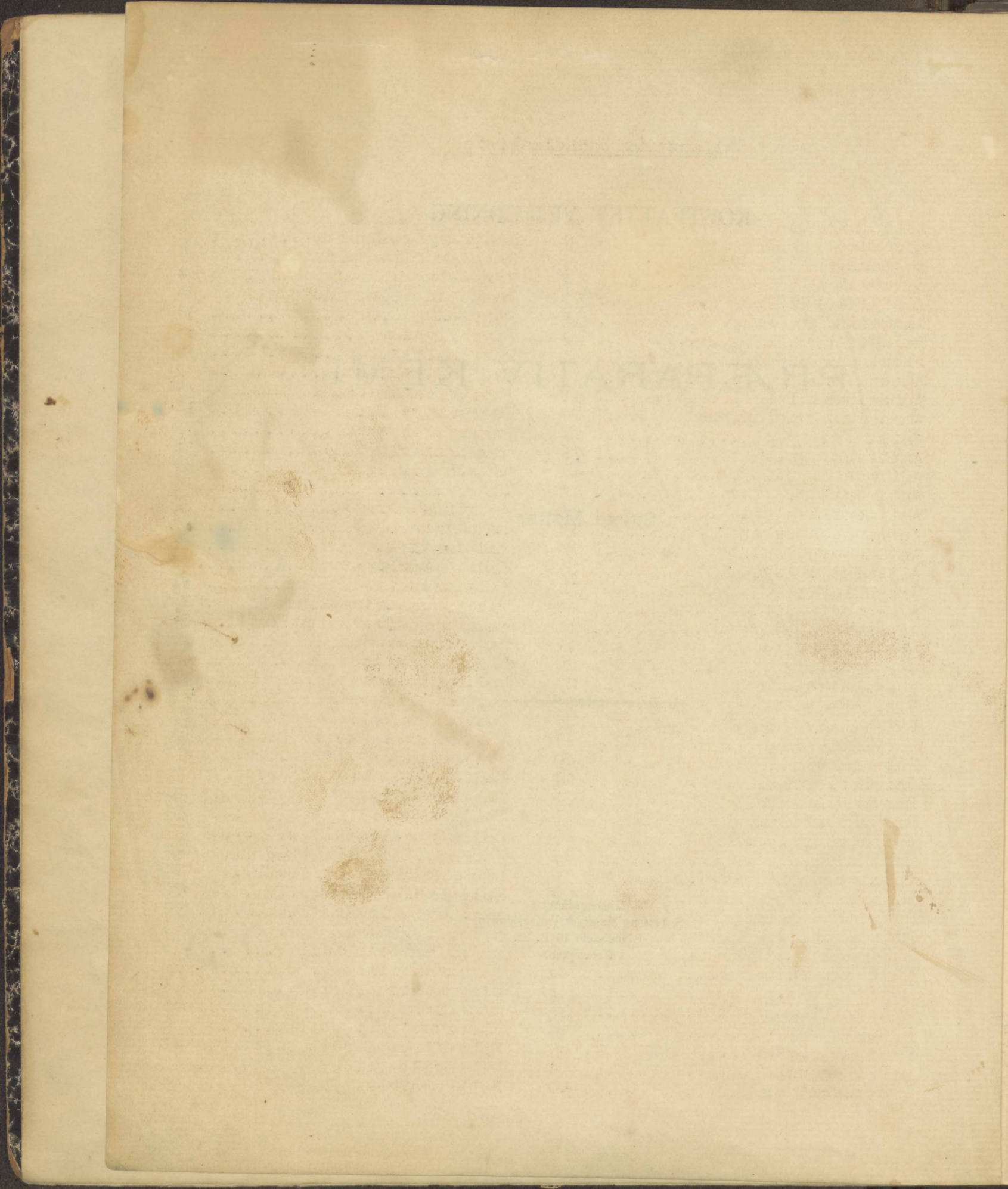
KORTFATTET VEJLEDNING

I

PRÆPARATIV KEMI.

Svend Møller.

Mimeograferet i
S. Jessens Maskinskrivningsbureau,
Linnésgade 16 B. St.
København.



Alfabetisk Indholdsliste.

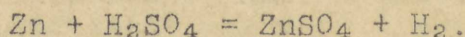
	Pag.		Pag.
Acetaldehydammoniak.....	56	m-Dinitrobenzol.....	66
Acetamid.....	60	Eddikesyreanhydrid.....	59
Acetanilid.....	68	Ferriammoniumsulfat.....	35
Acetoxim.....	60	Ferriklorid.....	34
Acetylchlorid.....	59	Ferriklorid(vandholdigt)...	34
Aluminiumchlorid.....	32	Ferrioxyd.....	33
Amidoazobenzol.....	69	Ferroklorid.....	33
Aminoeddikesyre.....	61	Ferrosulfat.....	35
Ammoniak.....	7	Fosforilteklorid.....	9
Ammoniumoxalat.....	62	Fosforpentaklorid.....	9
Ammoniumplumbiklorid.....	24	Fosforsyre.....	10
Anilin.....	67	Fosfortribromid.....	9
Anthrachinon.....	75	Fosfortriklorid.....	8
Antimon.....	12	Glycin.....	61
Antimonilte.....	12	Ilt.....	2
Antimonilteklorid.....	12	Jern(reduceret).....	32
Antimonpentaklorid.....	13	Jodbrinte.....	5
Antimonpentasulfid.....	14	Kadmiumilte.....	31
Antimontriklorid.....	13	Kadmiumkarbonat.....	32
Arsenklorid.....	10	Kadmiumsulfid.....	31
Arsenpentasulfid.....	11	Kalciumammoniumarsenat.....	25
Arsensyreanhydrid.....	11	Kalciumfosfat(sekundært)...	25
Arsentrisulfid.....	11	Kalciumkarbonat.....	26
Baryumbromid.....	26	Kalciumsulfat.....	25
Baryumdiithionat.....	27	Kaliumantimonat.....	22
Baryumhydroxyd.....	26	Kaliumborfluorid.....	23
Baryumkarbonat.....	27	Kaliumbromid.....	21
Baryumchlorid.....	27	Kaliumferricyanid.....	48
Baryumkromat.....	40	Kaliumjodat.....	22
Baryumnitrat.....	27	Kaliumjodid.....	21
Baryumsiliciumfluorid.....	28	Kaliumkromat.....	40
Baryumsulfat.....	27	Kaliumkromisulfat.....	39
Benzalklorid.....	66	Kaliumperklorat.....	22
Benzamid.....	73	Kaliumsiliciumfluorid.....	24
Benzoylchlorid.....	73	Kaliumtinklorid.....	24
Blyilte.....	28	Kaliumthiocyanat.....	48
Blyklorid.....	29	Kaliumæthylsulfat.....	55
Blykromat.....	40	Klor.....	2
Blykromat(basisk).....	41	p-Kloracetanilid.....	68
Blyoverilte.....	28	p-Kloranilin.....	69
Brint.....	1	Klorbrinte.....	3
Brintsiliciumfluorid.....	16	Kloroform.....	49
Brombrinte.....	4	Klorsvovl.....	6
Diazoamidobenzol.....	69	Kobber(reduceret).....	41
p-Dibrombenzol.....	64	Kobberilte.....	41
Dimethylæther.....	50	Kobberkarbonat(basisk).....	44

	Pag.		Pag.
Kromforiltesalte.....	39	Phenol.....	70
Kromoacetat.....	39	Salpetersyre.....	8
Kulsyreanhydrid.....	16	Silicium.....	16
Kuprikaliumsulfat.....	43	Stanniklorid.....	17
Kupriklorid.....	42	Stannoklorid.....	17
Kuprisulfat.....	43	Sulfanilsyre.....	70
Kuprobromid.....	42	Sulfoacetamid.....	60
Kuprojodid.....	42	Sulurylchlorid.....	7
Kvægsølvilte.....	44	Svovlbrinte.....	5
Kvægsølvthiocyanat.....	49	Svovlsyrning.....	6
Magniumammoniumarsenat.....	29	Sølv.....	45
Magniumammoniumfosfat.....	29	Sølvarsenat.....	46
Manganmellemilte.....	36	Sølvkromat.....	47
Manganammoniumfosfat.....	38	Sølvnitrat.....	46
Manganammoniumsulfat.....	37	Sølvulfat.....	46
Manganokarbonat.....	38	Tetraiodæthylen.....	54
Manganoklorid.....	36	Tinforilte.....	17
Manganosulfat.....	37	Trikloredikesyre.....	58
Manganoverilte.....	36	Urinstof.....	61
Merkuriklorid.....	45	Vismuthydroxyd.....	14
Merkuroklorid.....	44	Vismutilte.....	14
Merkuronitrat.....	44	Vismutiltejodid.....	15
Methyloxalat.....	63	Vismutnitrat.....	15
Monobrombenzol.....	64	Vismutnitrat(basisk).....	15
Monokloredikesyre.....	58	Zinkammoniumfosfat.....	30
Myresyre.....	50	Zinkilte.....	30
β-naphtalinsulfonsurt Natron	74	Zinkfosfat.....	30
β-Naphtol.....	74	Zinkkarbonat.....	31
Natriumammoniumfosfat(surt) ..	24	Æther.....	55
Natriumantimonat.....	20	Æthylacetat.....	57
Natriumarsenat(sekundært)....	19	Æthylbenzoat.....	72
Natriumborat.....	20	Æthylbenzol.....	64
Natriumklorid.....	18	Æthylbromid.....	51
Natriumkoboltinitrit.....	19	Æthylen.....	52
Natriumperborat.....	20	Æthylenbromid.....	53
Natriumthiosulfat.....	18	Æthylenklorid.....	53
m-Nitrobenzoesyre.....	73	Æthyljodid.....	52
Nitrobenzol.....	66	Æthylklorid.....	51
o- og p-Nitrophenol.....	71	Æthylloxalat.....	63
Phenetol.....	72		

U o r g a n i s k e P r æ p a r a t e r .

BRINT.

H=1.



Brint fremstilles af Zink og Svovlsyre (1+8) Vgtfylde: 1,075. Svovlsyren fortyndes ved at hælde 1 Del konc. Svovlsyre i 8 Dele Vand. Zinken kommes i en rummelig, 3-halset, woulfisk

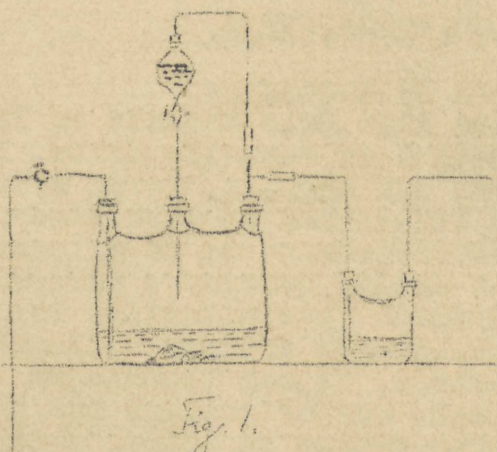


Fig. 1.

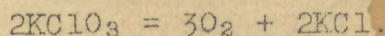


Fig. 2.

Flaske, i hvis ene Hals er indsat en Skilletragt med den fortyndede Syre. Skilletragten lukkes med en gennemboret Prop, som bærer et dobbeltbøjet Glasrør, der ved en Kautschukslange er forbundet med et T-formet Rør i den anden Hals af den woulfiske Flaske. I den tredje Hals er indsat en Hævert til Aftapning af den forbrugte Syre. (Fig. 1). Brinten kan ogsaa udvikles fra et konstant Luftudviklingsapparat (Fig. 2). Fra T-Rørets frie Gren ledes den urene Brint gennem en woulfisk Flaske med en alkalisk Kaliumpermanganat-Opløsning og opsamles, dersom den ikke straks skal bruges, i et Gasometer, hvis Rumfang kan bestemmes ved at maale Vandindholdet eller beregnes af: $V = h \pi r^2$. Rumfanget af Brinten beregnes af Normalrumfanget for Luftarter = 22,25 Liter (= 2 grm Brint). Skal Brinten bruges til Reduktion af Jernilte, Kobberilte eller lignende, tørres den ved at ledes gennem en woulfisk Flaske med Svovlsyre. Brinten prøves før Opsamling eller Brug paa Indhold af Luft.

Reaktionshastigheden kan forøges ved at overhælde Zinken med et Par cm^3 Kuprisulfatopløsning.

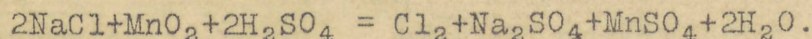
ILT.
O=16.



Fremstilles af Kaliumklorat.

Kaliumklorat blandes med en Tiendedel af sin egen Vægt pulveriseret Brunsten, der ligesom flere andre Stoffer forøger Reaktionshastigheden. Blandingen (hvoraf en lille Prøve ved Ophedning i et tørt Reagensglas ikke maa vise stærke Ildfænomener), kommes i en Kolbe af tungsmelteligt Glas og opvarmes først paa Traadnet senere over aaben Ild. Kolben er forsynet med et Afledningsrør. Ilten prøves i et Reagensglas med en glødende Fyrrepind og opsamles paa et Gasometer (se Brint).

KLOR.
Cl=35,5.



Fremstilles af Kogsalt, Brunsten og Svovlsyre.

Til Fremstilling af Klor blandes lige Dele Kogsalt og Brunsten omhyggeligt i en Morter og kommes i en rummelig Kolbe. Der anvendes ligesaa meget Brunstenpulver som Kogsalt, fordi Brunstenen indeholder Urenheder. Kolben lukkes med en dobbeltgennemboret Prop, hvori der sidder en Sikkerhedstragt og et Afledningsrør. Tre Fjerdedele af den beregnede Mængde Svovlsyre fortyndes med en halv Del Vand, og denne fortyndede Syre tilsættes først gennem Sikkerhedsrøret. Naar Klorudviklingen aftager, tilsættes den sidste Fjerdedel af Syren ufortyndet, og mod Slutningen - om det er nødvendigt - opvarmes Kolben, der er stillet paa et Sandbad. Den udviklede Luftart vadskes gennem en lille, 2-halset, woulfisk Flaske med Vand (Fig.3).

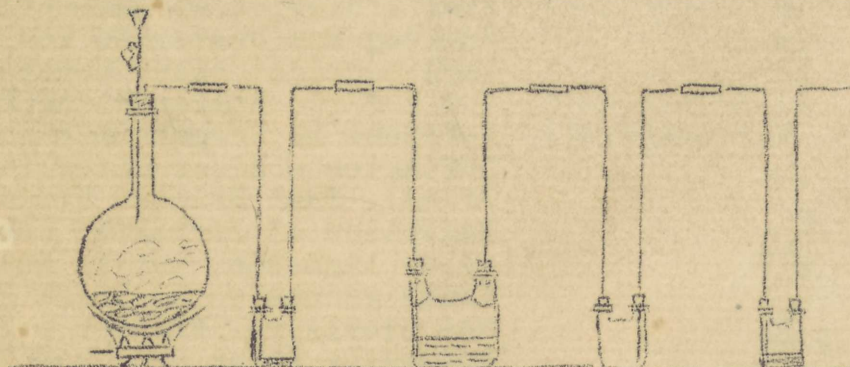


Fig.3.

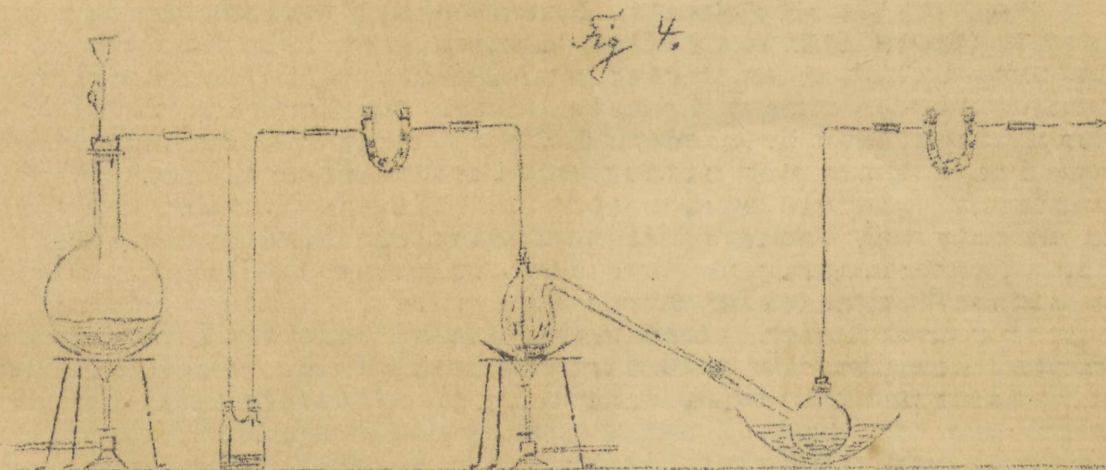
En meget regelmæssig Klorstrøm kan ogsaa faas ved at opvarme fint pulveriseret Kaliumdikromat og raa, konc.Saltsyre. Til

Fremstilling af Klorvand ledes Klor under Dannelse af $\text{Cl}_2, 10\text{H}_2\text{O}$ ned i Vand i en woulfisk Flaske, der holdes afkølet af rindende Vand. Der tages kun tre Fjerdedele af den teoretiske Vandmængde, og det ikke optagne Klor ledes bort gennem Sugepumpe. Klor er en grønliggul Luftart, af hvilken 1 Liter Vand opløser:

ved 8°	- 3 Liter (for 0° og 760 mm)		
- 10°	- 2,58 -	-	-
- 15°	- 2,36 -	-	-
- 20°	- 2,15 -	-	-
- 40°	- 1,36 -	-	-

Af Normalrumfanget, $V = 22,25$ Liter, beregnes det Antal Gram Klor, der opløses i 1 Liter Vand, ved Multiplikation af ovenstaaende Tal med $\text{Cl}_2:\text{V}$.

Til Forbrænding af Stoffer i Klor maa denne tørres ved at ledes gennem en woulfisk Flaske med konc. Svovlsyre og derefter gennem et U-formet Rør med Kalciumpchlorid. Den saaledes tørrede Luftart ledes ned i den tubulerede Retort, hvori Stoffet er anbragt. Retorten er forbunden med et tubuleret Forlag, og det overflødig Klor ledes fra Tubus paa dette gennem et U-formet Rør med Kalciumpchlorid til Sugepumpen (Fig. 4).



Forlaget kan holdes afkølet i rindende Vand, der optages af en under dette anbragt Tragt, hvis Stilk ved en Kautschukslange er sat i Forbindelse med Vandafløbet.

KLORBRINTE.
 HCl . $M=36,5$.



Fremstilles af Kogsalt.

Gennem Sikkerhedstragten, der er anbragt i en dobbeltgennemboret Prop i en Kolbe, hældes fortyndet Svovlsyre af Vægtfylde 1,67 (98 Dele H_2SO_4 + 33 Dele H_2O) ned paa Kogsaltet. Kolben

opvarmes paa Sandbad, og gennem den anden Gennem boring af Prop-
pen fører et Afledningsrør, hvorfra den udviklede Klorbrinte
ledes til en lille, woulfisk Vædskeflaske med lidt Vand (Fig.3).
Naar Indholdet i Kolben flyder roligt, er Udviklingen forbi.
Vil man af Klorbrinte fremstille konc.Saltsyre, ledes Luftarten
fra Vædskeflasken ned i en woulfisk Flaske, der er forsynet med
Til- og Afledningsrør og indeholder Vand (Vægten heraf = $\frac{1}{2}$ af
det anvendte Kogsalts Vægt). Tilledningsrøret i denne Flaske,
der anbringes i koldt Vand, maa kun naa lidt ned under Vandets
Overflade, da den dannede Saltsyres Vægtfylde er større end Van-
dets. Den Klorbrinte, der ikke optages, ledes fra Opsamlingsfla-
sken ned i svag Natriumhydroxyd. Der anvendes her et System af
2 woulfiske Flasker, af hvilke kun den sidste indeholder Natri-
umhydroxydopløsning, medens den første er tom. Denne Ordning
tjener til at hindre Vædsken i et "slaa" tilbage i Saltsyren
ved Trykændringer i Udviklingskolben og andre Dele af Appara-
tet (Fig.3).

Indholdet af HCl i den færdige Saltsyre faas af Vægtfylden
særlig let for Saltsyrens Vedkommende, idet det her tilnærmel-
sesvis gælder, at en Vægtfylde $1 + \frac{n}{100}$ ved 15° svarer til $2n\%$ HCl.

1 Liter Vand opløser c.500 Liter HCl ved 0° , og den stær-
keste Saltsyre har Vægtfylden c.1,20.

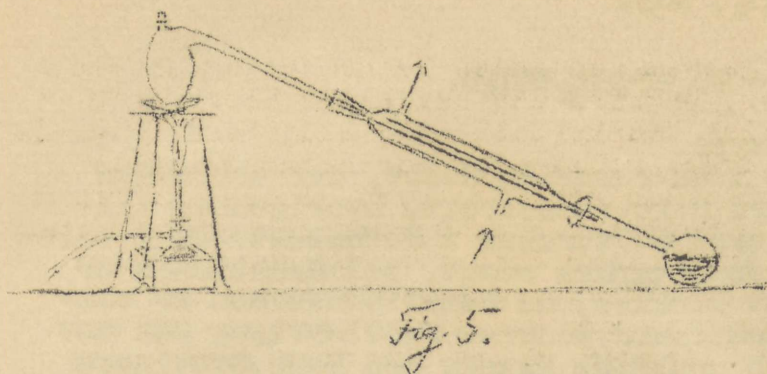
BROMBRINTE.
HBr. M=81.



Fremstilles af Brom.

1^o. I en Kolbe kommes 1 Del rødt Fosfor og 2 Dele Vand.
Kolben lukkes med en dobbeltgennemboret Prop, hvori anbringes
en Skilletragt med 10 Dele Brom og et Afledningsrør, der er for-
bundet med et U-rør. I dette findes nogle Stykker krystallinsk
Fosfor og nogle Stykker Glasrør. Fra U-røret fører et Glasrør
gennem Tubus paa en Retort, der er stillet med Halsen lodret ned-
ad, endende under Vand i en Flaske, der holdes afkølet i Kulde-
blanding. Brom tildryppes langsomt, saa længe der viser sig Ild-
fænomener i U-røret. Naar alt Br er tilsat, drives den dannede
Brombrinte over i Forlaget ved passende Opvarmning. Fosforet i
U-røret tjener til at omdanne medreven Brom til Brombrinte, og
Ildfænomenerne hører op, naar der er dannet en vis Mængde HBr.

2^o. Brombrintesyre kan ogsaa faas ved Destillation, men er
da ikke stærkere end 48 % HBr og har Kogep. $125-126^{\circ}$ (Vægtfylde
1,48). Af Ligningen beregnes Fosformængden, og denne Mængde kom-
mes i Kolben sammen med Vand, hvoraf 2 Dele for hver Del Brom.
Bromet tildryppes fra Skilletragten, og Afledningsrøret staar i
Forbindelse med et Peligot's Kuglerør, hvori der er lidt Vand,
der tilbageholder Brom og Brombrinte. Naar den teoretiske Mæng-
de Brom er tildryppet - i Begyndelsen langsomt - hældes Peligot-



rørets Indhold over i Kolben, hvis Indhold filtreres gennem Glasuld eller Asbest og destilleres i en Retort (Fig.5). Naar Dampens Temperatur er 125° , skiftes Forlaget, og naar Væsken i Retorten har en Temperatur af c. 150° , afbrydes Destillationen.

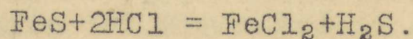
1 Liter Vand opløser ved 0° 500-600 Liter HBr. Den mættede vandige Opløsning indeholder 82 % HBr og har Vgtfl: 1,78.

JODBRINTE.
HJ. M=128.



1 Del amorft, rødt Fosfor og 15 Dele Vand kommes i en Kolbe og tilsættes 2 Dele Jod. Saa snart Affarvningen er fuldendt, hældes den dannede Jodbrintesyre fra Fosforet og digerereres med 8 Dele Jod. Efter at alt Jodet er opløst i Jodbrintesyren, hældes Opløsningen lidt efter lidt over Fosforet i Kolben. Naar Processen er forbi, filtreres fra upaavirket Fosfor gennem Asbest eller Glasuld, og den klare Opløsning rektificeres i en Retort (med Termometer) paa Sandbad (Fig.5). Forlaget skiftes ved 127° , og Syren, der gaar over ved denne Temperatur, indeholder 57 % HJ (Vgtfl: 1,70). Ligesom ved Brombrintesyre afdestillerer man ikke helt paa Grund af Fosforsyringen.

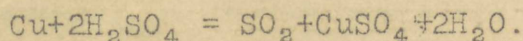
SVOVLBRINTE.
 H_2S . M=34.



Fremstilles af Ferrosulfid, der i Stykker saa store som Ærter kommes i en 3-halset, woulfisk Flaske. I den ene Hals findes Afledningsrøret, i den anden en Skilletragt med Syren og i den tredje en Hævert, der kan lukkes ved en Kautschukslange og Klemhane, og som tjener til Aftapning af den forbrugte Syre. Fra en gennemboret Prop i Skilletragtens Hals fører et dobbeltbøjet Glasrør til Afledningsrøret, der er et T-formet Rør (Fig.1). I Stedet for dette Apparat kan ogsaa bruges et konstant Luftudviklingsapparat (Fig.2). Apparatet sættes i Forbindelse med en Vadskeflaske. Saltsyren blandes med lige Dele Vand (12-17 % HCl), og der anvendes $1\frac{1}{2}$ Gang den teoretiske Mængde.

SVOVLSYRLING (Svovldioxyd).

SO₂. M=64.



Fremstilles af Svovlsyre.

Kobberspaaner kommes i en rummelig Kolbe, der anbringes paa Sandbad og forsynes med Sikkerhedstragt, hvorigennem til-sættes koncentreret Svovlsyre i Overskud i Forholdet: en Tredie-del Cu til 1 Del H₂SO₄. Der opvarmes svagt, til Reaktionen er begyndt, hvorefter Blusset slukkes, da Reaktionsvarmen er tilstrækkelig til at føre Reaktionen videre. Svovlsyrning kan tørres ved at ledes gennem en woulfisk Flaske med konc. Svovlsyre og derefter fortættes i et Fortætningsrør, der er anbragt i en Kuldeblending af knust Is, Kogsalt og Vand. (Under Tilsmeltning af Fortætningsrøret lader man det blive staaende i Kuldeblandingen).

Skal der fremstilles Svovlsyrningvand, vadsker man Svovlsyrningen med en ringe Mængde Vand i en woulfisk Flaske og opsamler den i velafkølet Vand, hvoraf kun bør anvendes Halvdelen af den beregnede Mængde. Overskud af SO₂ ledes til Sugerens eller ned i Natriumhydroxydopløsning. Det er praktisk at indskyde en tom woulfisk Flaske for at hindre Natriumhydroxydopløsningen i at slaa tilbage i Opsamlingsflasken ved Trykforandringer i Apparatet (se Fig. 3). 1 Liter Vand indsuger ved 0° omtrent 80 Liter; ved 15° omtrent 50 Liter SO₂.

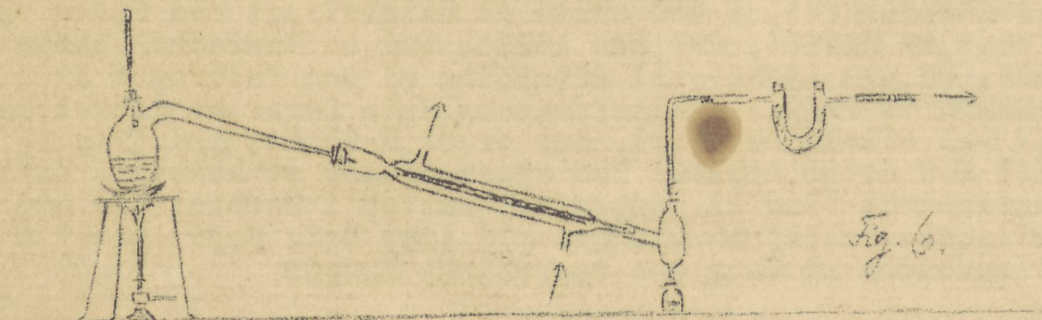
KLORSVOVL (Svovlforklorid).

S₂Cl₂. M=135.



Fremstilles af Svovl.

Klorsvovl fremstilles i Apparatet, der er beskrevet under Stykket om Forbrænding i Klor (Fig. 4). Af Klor anvendes den dobbelte Mængde af den af Ligningen beregnede. Klortilledningsrøret bør naa omtrent ned til Bunden af Retorten, hvori Svovlet kommes. Svovlet smelter ved Reaktionsvarmen, men Retorten maa opledes paa Sandbad samtidig med Tilledningen for at faa Klorsvovlet overdestilleret. Dette maa rektificeres over rigeligt Svovl paa Grund af indeholdt Svovldi- og tetraklorid (Fig. 6). Den Del af Destillatet, der koger ved 139°, opsamles.



SULFURYLKLORID.

SO_2Cl_2 . M=135.



Fremstilles ved at lede Klor og Svovlsyrling sammen under Tilstedeværelse af Kamfer, hvis Vægt bør udgøre omtrent $\frac{1}{55}$ af Sulfurylchloridets teoretiske Udbytte. Begge Luftarter ledes efter Tørring til Bunden af en rummelig, 3-halset, woulfisk Flaske, hvori Kamferet findes (Fig.7). Den woulfiske Flaske

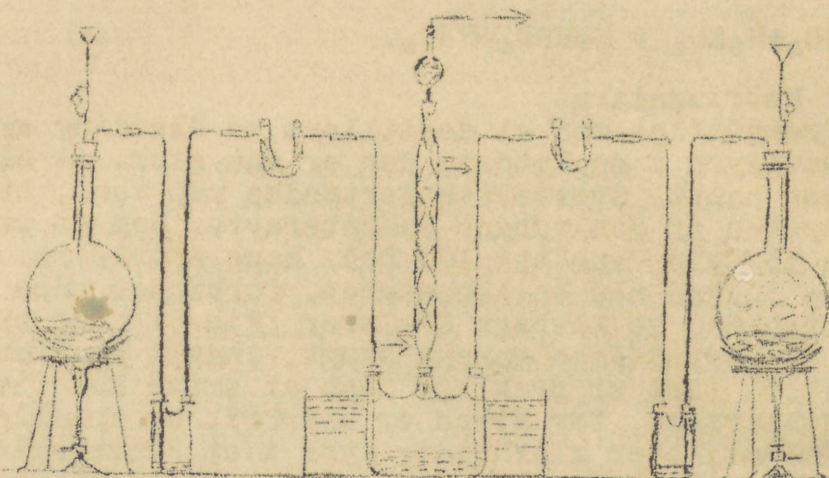


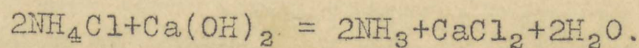
Fig. 7.

afkølet i smeltende Sne eller Is, og i dens tredje Hals sættes et Allihns Svalerør, der har Aftræk til Sugepumpen gennem et Klorkalciumrør. Naar Kamferet er smeltet ved Tilledning af SO_2 , sættes Klorapparatet i Gang, og nu paaser man, at Tilledningen af begge Luftarter sker lige stærkt. Dette kan f. Eks.

afmåles ved at man - i lige lange Tider - tæller Antallet af Bobler i Vadske- eller Tørreflaskerne. Den færdige Blanding afdestilleres i en Retort (Fig.6), og Sulfurylchloridet, der koger ved 77° , rektificeres.

AMMONIAK.

NH_3 . M=17.



Fremstilles af Ammoniumchlorid.

4 Dele Salmiak, der i en Morter er udrørt med 2 Dele Vand, sættes til 5 Delé Kalk, der er læsket med 2 Dele Vand i en Kobberdestillerkedel. Mellem Hjelm og Underdel anbringes flere Lag af ringformet, fugtigt, graat Filtrerpapir som Pakning, inden Hjelmen paaskrues. Ved Glasrør gennem Tubus forbindes Kedlen med en woulfisk Flaske med Natriumhydroxydopløsning. Ammoniakken ledes - efter at have passeret denne - gennem en tom woulfisk Flaske og derefter til Bunden af Absorptionsflasken, der indeholder tre Fjerdedele af den beregnede Mængde Vand. Kedlen opvarmes svagt, til al NH_3 er overdrevet. 1 Liter Vand optager ved 0° 1146

Liter og ved 15° 700 Liter NH₃. Ammoniakvand paa 30 % har en Vægtfylde af 0,895; paa 10 % en Vægtfylde af 0,959.

Skal Ammoniak opsamles i Methylalkohol eller Vinaand, ledes den efter Vadskning med Natriumhydroxydopløsning gennem et Kalktørretaarn. Methylalkohol optager en Fjerdedel, absolut Alkohol c.en Tiendedel af sin Vægt NH₃.

SALPETERSYRE.

HNO₃. M=63.

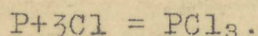


Fremstilles af Natriumnitrat.

Salpetersyre fremstilles ved at destillere en Blanding af Natriumnitrat og Svovlsyre i en Retort, der er saa stor, at Blandingen kun fylder den halvt. Svovlsyren fortyndes med Vand, hvis Mængde bestemmer Styrken af den vundne Salpetersyre. Som et passende Forhold tages 16 Dele Vand til 100 Dele konc.Svovlsyre. Retorten, hvis Tubus lukkes med en Asbestprop, forbindes uden Anvendelse af Korkprop med et Liebigs Svalerør (Fig.5). Der opvarmes paa Sandbad, i Begyndelsen ganske svagt, indtil en Prøve viser sig fri for Klor. (Det er praktisk ikke at sætte Retorten i Forbindelse med Svalerøret, før Syren er klorfri, og opsamle de første, faa Kubikcentimeter klorholdig Syre i et Reagensglas direkte fra Retorthalsen). Forlaget skiftes nu, og Opvarmningen fortsættes, indtil Retortens Indhold flyder roligt. Det kan hændes, at den overdestillerede Syre ved Fremstillingen af smaa Mængder Salpetersyre af særlig uren Natronsalpeter vedbliver at være klorholdig. Syren maa da rektificeres, og det første klorholdige Destillat bortkastes. Vægtfylden bliver c.1,48 - 1,50.

FOSFORTRIKLORID.

PCl₃. M=137,5.



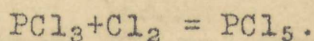
Fremstilles af almindeligt Fosfor.

I en 2-Liters Kolbe kommes Blandingen af Brunsten og Kogsalt, og Kolben lukkes med en dobbeltgennemboret Prop med Sikkerhedstragt og Afledningsrør. Afledningsrøret sættes i Forbindelse med en lille 2-halset, woulfisk Flaske, der atter forbindes med et Klorkalciumrør. Fra Klorkalciumrøret fører et Rør til en fuldstændig tør Retort, der forbindes med et Forlag. Fra Forlaget fører et Rør Overskudet af Klor gennem et U-formet Klorkalciumrør til Sugepumpen (Fig.4). Efter at Apparatet er samlet, overbeviser man sig om, at det er tæt, hvorefter det fyldes med Kulsyre. Denne tilledes først gennem Sikkerhedstragten (lukket med Prop med Tilledningsrør) og derefter, mens Fosforet kommes i Retorten, gennem det Klorkalciumrør, der er nærmest Sugeren,

Fosforet afvejes og skæres - under Vand - i Stykker, der kan gaa gennem Tubus, og kommes nu efter at være godt aftørrede med Filterpapir ved Hjælp af en tør Tang ned i Retorten, der staar paa et Sandbad og stadig holdes fyldt med Kulsyre. Kloret (om Fremstillingen se "Klor") ledes i en jævn Strøm gennem et Rør, der naar til Midten af Retorten. Der anvendes to Gange den teoretiske Mængde Klor. Retorten maa under Processen opvarmes svagt. Destillatet digereres med et lille Stykke Fosfor, der skal om-danne tilstedeværende Fosforpentaklorid, og rektificeres derefter (Fig.6). Kogepunkt: 76° . Opbevares i brunt Glas.

FOSFORPENTAKLORID.

PCl_5 . M=208,5.



Fremstilles af Fosfortriklorid.

I en tør Kolbe, der er lukket med en dobbeltgennemboret Prop med Til- og Afledningsrør, ledes Klor til Fosfortriklorid. Tilledningsrøret naar til Midten af Kolben, og Afledningsrøret forbindes ved et U-formet Klorkalciumrør med Sugepumpen. Kloret, der først tørres, ledes i en langsom Strøm ned i Kolben, der af og til rystes. Den dannede Masse skræbes løs med en Glasspatel, og Tilledningen fortsættes, til alt er blevet fast. Det gullige Fosforpentaklorid rystes ud i et vejet Glas, hvis Prop parafineres. - Af Klor anvendes $1\frac{1}{2}$ Gang den teoretiske Mængde.

FOSFORILTEKLORID.

$POCl_3$. M=153,5.



Fremstilles af Fosfortriklorid.

Et stort, tubuleret Forlag, der staar paa et Traadnet, forbindes med et skraatstillet Liebigs Svalerør, der atter gennem et U-formet Klorkalciumrør staar i Forbindelse med Sugerens. Til Fosfortrikloridet i Forlaget sættes gennem Tubus, der lukkes med en Prop, den teoretiske Mængde Kaliumklorat i smaa Portioner. Reaktionen indledes ved svag Opvarmning. Naar alt er tilsat, opvarmes et Kvarter. Efter at Blandingen er afkølet, holdes den over i en Retort, og Fraktionen, der koger ved 110° , opsamles for sig (Fig.6).

FOSFORTTRIBROMID.

PBr_3 . M=271.

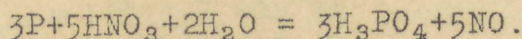


Fremstilles af Brom.

Til amorft Fosfor i en tør Kolbe dryppes Brom fra en Skilletragt. Kolben maa være lukket med en dobbeltgennemboret Prop, og i den anden Gennem boring er anbragt et Glasrør, der er 1 Meter langt og temmelig vidt. Glasrøret maa ud for Skilletragtens pæreformede Del have en Bøjning for at gaa fri af denne, og øverst oppe være bøjet nedad, saa at det kan ende i en Flaske i løs Forbindelse. Flasken tjener til at opsamle Brom. Bromet tilsættes meget langsomt, og naar alt er tilsat, hældes Kolbens Indhold i en tubuleret Retort og destilleres (Fig.6). Fosfortribromid koger ved 175° .

FOSFORSYRE.

H_3PO_4 . M=98.



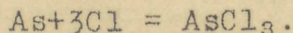
I en stor Retort kommes Salpetersyre af Vf.1,20 (en Tienedel mere end beregnet), og hertil sættes Fosfor skaaret i smaa Stykker. Retorten opvarmes paa Sandbad. Salpetersyren, der herved destillerer over i en Kolbe (uden Svalerør), hældes fra Tid til anden tilbage i Retorten gennem Tubus. Naar alt er opløst, prøves for Fosforsyrning ved Ophedning i Reagensglas med mere Salpetersyre. Dersom der viser sig røde Dampe, maa Iltningen af hele Portionen fortsættes med mere Salpetersyre. Indholdet opvarmes i en Skaal, indtil al Salpetersyren er bortdampet, hvilket prøves ved at holde en Glaspind beviklet med Filtreppapir vædet med Ammoniakvand i Dampene.

For at befri Fosforsyren for Arsen hældes den nu paa en Flaske, fortyndes stærkt med Vand, mættes med Svovlbrinte, tilpropes og hensættes nogle Dage. Arsentrisulfidet frafiltreres, Svovlbrinten bortkoges, og Syren inddampes, til den har en Vægtfylde af 1,3466, hvad der svarer til 50 % H_3PO_4 eller 36,4% P_2O_5 .

Fosforsyre kan ogsaa fremstilles af rødt, amorft Fosfor, der opvarmes i en Skaal med 2 Gange Vægten Vand og tilsættes stærk Salpetersyre i smaa Portioner, til alt er opløst. Renses som angivet ovenfor.

ARSENKLORID.

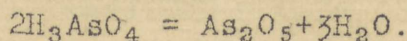
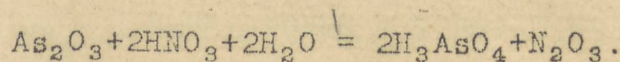
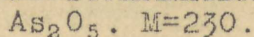
$AsCl_3$. M=181,5.



Fremstilles af Arsen.

Fremstilles ganske som PCl_3 i samme Apparat (Fig.4). Ved Rektifikationen opsamles Fraktionen, der koger ved 130° . Det er en farveløs, meget giftig Vædske.

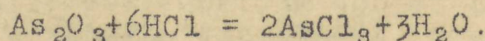
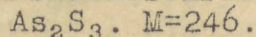
ARSENSYREANHYDRID.



Fremstilles af Arsensyrtinganhydrid.

I en Kolbe paa Sandbad opvarmes Arsensyrting med 3 Gange saa meget konc. Salpetersyre som beregnet efter ovenstaaende kemiske Ligning. Efter Opløsning inddampes til Tørhed i en Skaal, der ophedes, til der ikke længere bortgaar Kvalstoffer eller Fugtighed. Prøves for Arsensyrting, Salpetersyre og Vand.

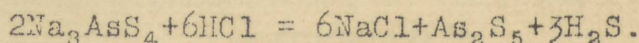
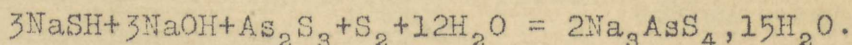
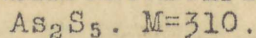
ARSENTRISULFID.



Fremstilles af Arsensyrting.

Efter den kemiske Ligning beregnes Mængden af HCl, og der anvendes nu 3 Gange saa meget i Form af koncentreret Saltsyre. Til Opløsningen ledes 2 Gange saa meget Svovlbrinte, som fordrer efter Beregningen. Bundfaldet udvadskes for HCl med kogende Vand og tørres paa Vandbad.

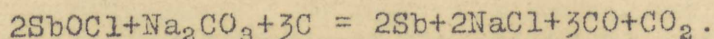
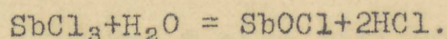
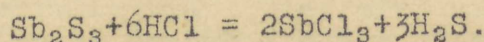
ARSEN PENTASULFID.



Fremstilles af Arsentrisulfid.

10 Dele Natriumhydroxyd opløses i 50 Dele Vand og mættes med Svovlbrinte. Til denne Opløsning sættes en Opløsning af 10 Dele Natriumhydroxyd i 50 Dele Vand. I den derved dannede Opløsning af Natriumsulfid opløses 26 Dele Arsentrisulfid og 7 Dele Svovlblomster. Opløsningen afdampes, indtil en Draabe krystalliserer ved Afkøling paa en Glasplade, filtreres derpaa, medens den endnu er varm, og hensættes til langsom Afkøling. Den dannede Krystalmasse, $2\text{Na}_3\text{AsS}_4, 15\text{H}_2\text{O}$, frasuges Moderluden og opløses i rigeligt Vand. Den fortyndede Opløsning fældes nu kogende med fortyndet Saltsyre. Bundfaldet udvadskes med kogende Vand for HCl og tørres i en Skaal paa Vandbad.

ANTIMON.
Sb = 120.



Fremstilles af Spydglans.

Af ovenstaaende kemiske Ligning beregnes den teoretiske Mængde HCl og deraf den dertil svarende Mængde koncentreret Salt-syre. 3-4 Gange denne Mængde koges i en Kolbe paa Sandbad med Spydglansen. Naar Vædsken ikke mere indeholder Svovlbrinte, filtreres den gennem Asbest eller Glasuld fra en lille uopløst Rest. Urenhed af Arsen i Spydglans vil enten gaa bort som Arsenklorid eller fældes som uopløseligt Arsentrisulfid. Ved at hælde det stærkt inddampede Filtrat ned i omtrent 10 Gange saa stort et Rumfang varmt Vand fældes Antimonilteklorid, medens Urenheder bliver i Opløsningen. Bundfaldet udvadskes med varmt Vand ved Dekantation, tørres paa Vandbad og blandes med vandfri Natriumcarbonat og Kulpulver (10 Dele Antimonilteklorid + 8 Dele Na_2CO_3 + 2 Dele Kulpulver). Blandingen glødes i Lerdigel under efterhaanden forøget Varme. Naar der viser sig blaalige Flammer og stærk, hvid Røg af Antimonilte, er Processen forbi, og efter rolig Afkøling slaas Diglen itu, og Antimonet renses mekanisk for vedhængende Slagger.

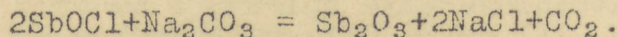
ANTIMONILTEKLORID (Antimonoxyklorid)

SbOCl . M=171,5.

Fremstilles som angivet under forrige Preparat og faas som et hvidt, amorph Bundfald, hvis Sammensætning varierer efter den Mængde kogende Vand, der er anvendt ved Fældning og Udvadskning. Tørres paa Vandbad.

ANTIMONILTE.

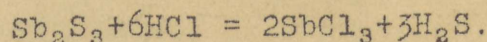
Sb_2O_3 . M=288.



Koges Antimonilteklorid (se ovenfor) med Overskud af Natriumkarbonatopløsning (10 % mere end beregnet efter Ligningen), faas Antimonilte. Naar der ikke mere udvikles Kulsyre, udvadskes Bundfaldet og tørres paa Vandbad. Prøves for Natriumklorid.

ANTIMONTRIKLORID. ¹¹⁰

$SbCl_3$. M=226,5.



1°. Af Spydglans. ¹¹⁰

Pulveriseret Spydglans opløses i Saltsyre, saaledes som beskrevet under Fremstillingen af Antimon. Efter Filtrering af Opløsningen gennem Asbest eller Glasuld inddampes den i en Skaal og destilleres i en Retort uden Svalerør. (Et helt rent Præparat faas ved først at fremstille Antimonilteklorid, opløse dette i en ringe Mængde konc. Saltsyre og derefter destillere). Naar en Draabe stivner paa en kold Glasplade, opsamles det efterfølgende Destillat ($SbCl_3$) i Reagensglas. Af det første Destillat kan vindes Antimonilteklorid ved Fældning med Vand.

2°. $3SbCl_5 + 2Sb = 5SbCl_3$. Af Antimonpentaklorid.

Den teoretiske Mængde Antimon knuses og kommes i en Retort, i hvis Tubus der sidder en Skilletragt med Antimonpentaklorid. Retorten stilles paa Sandbad og opvarmes under Tildrypningen, indtil alt Antimontrikloridet er destilleret.

Smeltepunkt 73° . Kogepunkt 223° .

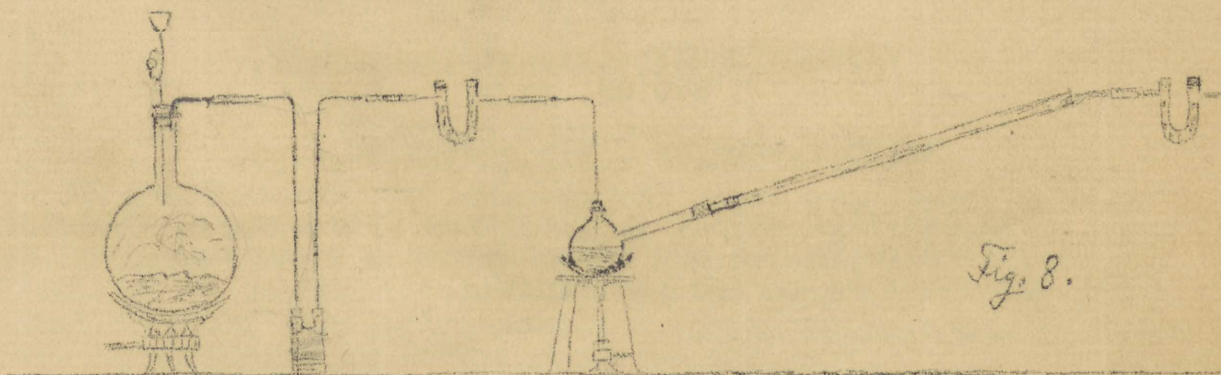
ANTIMONPENTAKLORID.

$SbCl_5$. M=297,5.



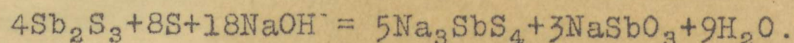
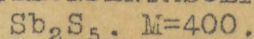
Fremstilles af Antimon.

Antimon knuses og fordeles i et tungsmelteligt Forbrændingsrør, der stilles skraat, og hvis ene Ende ved en gennemboret Prop er forbunden med et Klorkalciumrør, der fører til Sugereren, medens den anden Ende gennem en Korkprop fører ned i et tubulært Forlag (Fig. 8). Gennem Tubus tilledes tørt Klor, hvoraf der til Fremstillingen bruges 3 Gange den beregnede Mængde. Under Tilledningen bestryges Røret med en bunsensk Flamme. Røret maa



stilles saadan, at Antimonpentakloridet let løber ned i Forlaget. Naar alt Antimonet er brændt, bringes det dannede Antimonpentaklorid i en Retort og destilleres i en Klorstrøm. Kogepunkt 140° .

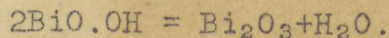
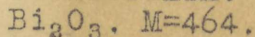
ANTIMONPENTASULFID.



Fremstilles af Spydglans.

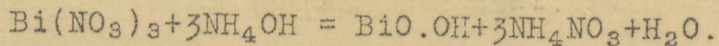
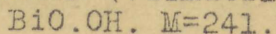
Efter Ligningen beregnes Mængden af Natriumhydroxyd og Svovl. Svovlet opløses i en Opløsning af Natriumhydroxyd (10-15 %) og Opløsningen koges under Tilsætning af Spydglans i smaa Portioner; Kogningen fortsættes i omtrent $\frac{1}{2}$ Time. Væsken filtreres ned i en Kolbe, der tilproppes og hensættes i Isvand i Mørke (det er heldigt at tilsætte en Krystal-af Saltet). Moderluden suges fra det udkrystalliserede Salt, $\text{Na}_3\text{SbS}_4 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, der udvadskes med ganske fortyndet Natriumhydroxyd, og tørres mellem Filtrepapir udelukket fra Lyset. Af Moderluden kan vindes flere Krystaller ved Inddampning. Antimonpentasulfid faas nu ved at opløse dette - Schlippe - Salt i 10 Dele Vand og hælde denne Opløsning under Omrøring i fortyndet Svovlsyre (10 %). Sb_2S_5 vadskes ved Dekantation og befries for Arsenforbindelsen ved at udrøres med en Natriumbikarbonatopløsning (5 %), med hvilken det henstaar et Par Dage ved alm. Temperatur. Bundfaldet udvadskes, til en Draabe af Vadskevandet ikke efterlader nogen Rest ved Fordampning. Tørres ved svag Varme.

VISMUTILTE.



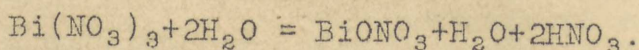
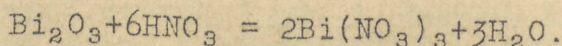
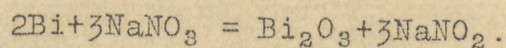
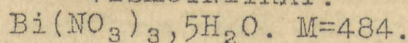
Vismuthydroxyd glødes, til det ikke mere taber i Vægt, og giver derved Iltet.

VISMUTHYDROXYD (Vismutiltehydrat).



Den nedenfor omtalte, filtrerede Opløsning af Vismutnitrat i Salpetersyre fældes med Ammoniakvand i stort Overskud. Bundfaldet udvadskes og tørres paa Vandbad.

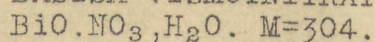
VISMUTNITRAT.



Fremstilles af Vismut.

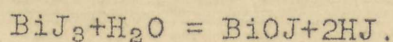
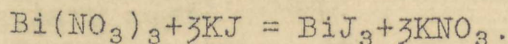
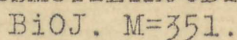
1 Del venalt Vismut iltes med $\frac{1}{2}$ Del Natriumnitrat i en Nikkelskaal. Natronsalpeter smeltes i en Nikkelskaal, og derefter tilsættes det pulveriserede Vismut under Omrøring med en Glaspatel. Naar den smeltede Masse er bleven ensartet, hældes den i 4 Dele Natriumhydroxydopløsning (5%) og koges dermed i nogen Tid. Vismutiltet filtreres fra, udvadskes med Vand og opløses i en Kolbe i 1,4 Dele konc. Salpetersyre og 2 Dele Vand. Opløsningen filtreres gennem Glasuld og inddampes i en Skaal til Krystallisation. Af Moderluden vindes flere Krystaller, og af den sidste Rest faas basisk Vismutnitrat eller Vismutilteklorid som Biprodukt ved at hælde denne enten i rigeligt, varmt Vand eller i fortyndet Natriumkloridopløsning. Tørres mellem et enkelt Lag Filtrerpapir. Det basiske Vismutnitrat eller Vismutilteklorid tørres paa Vandbad.

BASISK VISMUTNITRAT.



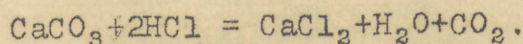
Af den ovenfor omtalte, filtrerede Opløsning af Vismutilte i Salpetersyre bortdampes en Del af Syren, hvorefter den hældes i en stor Mængde kogende Vand. Bundfaldet tørres paa Vandbad.

VISMUTILTEJODID.



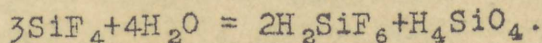
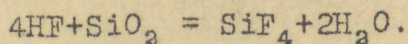
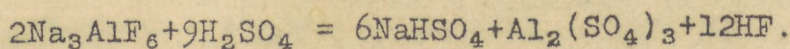
48 grm Vismutnitrat opløses ved meget svag Varme i 70 cm³ Iseddike og sættes til en Opløsning af 17 grm Kaliumjodid og 25 grm Natriumacetat i en Liter Vand. Opløsningen af Vismutnitrat tilsættes fra en Skilletragt i en ganske tynd Straale og under stadig Omrøring. Det teglstensrøde Bundfald bringes paa en Suge-tragt og udvadskes og tørres derefter ved 100°.

KULSYRE (Kulsyreanhydrid).
CO₂. M=44.



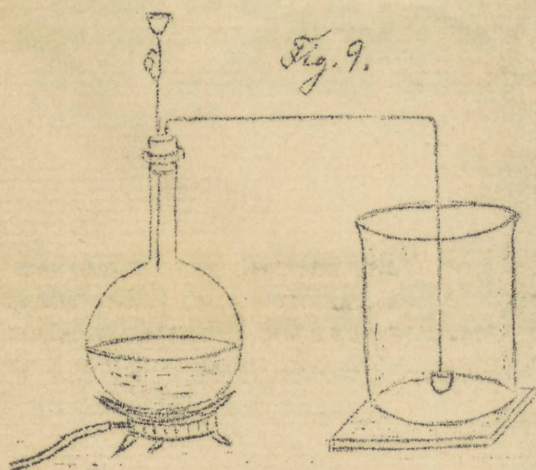
Fremstilles af Marmor og raa Saltsyre, der fortyndes med 2 Dele Vand. Apparaterne findes omtalt under Brint (Fig.1 og 2). Den tørres gennem Svovlsyre.

BRINTSILICIUMFLUORID.
H₂SiF₆. M=144.



Fremstilles af Kryolith.

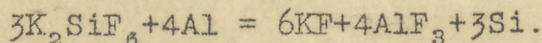
Pulveriseret Kryolith blandes med 2 Dele Kvartpulver eller Glaspulver og kommes i en rummelig Kolbe (2-3 Liter), der lukkes med en Prop med Sikkerhedstragt og et 2 Gange vinkelbøj- et Glasrør (Fig.9). Hele Apparatet maa være fuldstændig tørt.



Glasrøret fører ned under Kvægsølv i en lille Porcelænsdigel, der staar i et Bægerglas. Gennem Sikkerhedstragten hældes 6-8 Gange Kryolithens Vægt konc. Svovlsyre. Kolben omrystes kraftigt og anbringes i en Gryde med Sand. Reaktionen indledes med svag Opvarmning, og naar den er i Gang, hældes 5 Gange Kryolithens Vægt Vand i Bægerglasset. Under Udviklingen maa der stadig røres i Bægerglasset. Naar Reaktionen er forbi, frafiltreres den geleagtige Kiselsyre.

Prøves for Svovlsyre med en Opløsning af Strontiumklorid.

SILICIUM.
Si = 28,4.



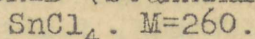
Fremstilles af Kaliumsiliciumfluorid.
Kaliumsiliciumfluorid blandes omhyggelig med en Trediedel

af sin Vægt pulveriseret Aluminium. Blandingen kommes i en hæsisk Digel med tætsluttende Laag og dækkes med et lille Lag pulveriseret Aluminium. Diglen glødes c. $\frac{1}{2}$ Time ved Rødgldhede.

Diglen slaas efter Afkøling i Stykker, og Massen renses mekanisk for Slaggerne. Efter en let Knusning udkoges Massen med Saltsyre, indtil alt Aluminium er opløst. Silicium bliver da tilbage som graasorte, glinsende Krystalblade, der ligner naturlig Grafit.

Tørres i Tørreskabet efter Udvadskning for Saltsyre.

TINKLORID (Stanniklorid).

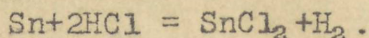
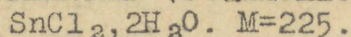


Fremstilles af Tin.

Tin brændes i Klor i Apparatet, der er omtalt under Klor (Fig.4). Retorten opvarmes paa Sandbad. Det overdestillerede Tinklorid rystes i en Flaske med lidt Tin, til det er farveløst, og rektificeres (Fig.6). Kogepunkt 113° .

Der anvendes den dobbelte Mængde Klor af den beregnede. Tinklorid forener sig med Luftens Fugtighed til hvide Dampe af $\text{SnCl}_4, 3\text{H}_2\text{O}$.

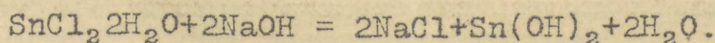
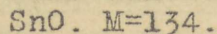
TINFORKLORID (Stannoklorid).



Fremstilles af Tin.

Tin opløses i Saltsyre, 2-3 Gange den teoretiske Mængde. Opløsningen filtreres gennem Glasuld og inddampes til Krystallisation. Krystallerne tørres uden Anvendelse af Varme mellem et enkelt Lag Filtrepapir, der ikke yderligere maa sammenpakkes.

TINFORILTE.



Fremstilles af Tinforklorid.

Tinforklorid gennemvædes med stærk Saltsyre og opløses derefter i Vand. Opløsningen hældes i en tynd Straale i kogende, fortyndet Natriumhydroxyd. Vædsken maa ikke gaa af Kog, og Kogningen fortsættes i et Kvarter. Der bruges et ikke for ringe Overskud af Natriumhydroxyd (c.en Sjettedel mere end beregnet).

Iltet vadskes frit for Klor med kogende Vand og tørres i en Skaal paa Vandbad.

NATRIUMKLORID.

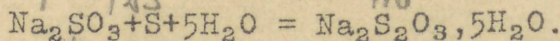
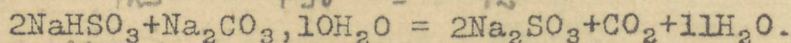
NaCl. M=58,5.

Fremstilles af Køkkensalt.

500 Grm. Køkkensalt udrøres i en Porcelænsmorter med $1\frac{1}{2}$ Liter koldt Vand. Opløsningen filtreres ned i en stor Porcelæns-skaal, hvori den koges med Kalkmælk af 5 Grm. brandt Kalk og med saa meget af en Bariumkloridopløsning, som fremkalder Bundfald. Efter at Vædsken har klaret sig, filtreres den ned i et Bøger-glas, hvori den fældes med en Opløsning af krystalliseret, rent Natriumkarbonat. Vædsken filtreres nu tilbage i den rensede Skaal, ophedes til Kogning, neutraliseres med Saltsyre og indkoges saa hurtigt som muligt til omtrent $\frac{1}{2}$ Liter. Det udskilte Natriumklorid samles i en Tragt, hvis Spids er lukket med et ganske lille Filter (hærdet), vadskes en Gang med koldt Vand eller suges for Vandluftpumpen saa vidt muligt frit for Moder-lud og tørres i en Porcelæns-skaal ved en Temperatur, der bør stige til $c. 150^{\circ}$ (H. Erdmann).

NATRIUMTHIOSULFAT (Svovlundersyrlet Natron).

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, 5\text{H}_2\text{O}$. M=248.

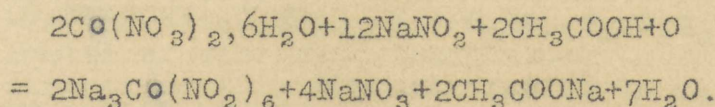
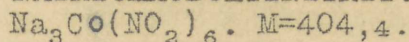


Fremstilles af Soda.

En Sodaopløsning (20%) deles i to lige store Dele. Til den ene Halvdel ledes i en woulfisk Flaske Svovlsyrting (Fig. 3) fra et Svovlsyrtingudviklingsapparat (se Svovlsyrting). Naar Kulsyreudviklingen aftager, og Opløsningen er bleven gullig, hældes den i en Porcelæns-skaal, og den frie Svovlsyrting bortkoges. Den anden Halvdel af Sodaopløsningen tilsættes derpaa, indtil Reaktionen er bleven svagt alkalisk. Opløsningen af Natriumsulfit koges nu en Time under Omrøring med Svovl blomster, der er udrørt med Vand. Det uopløste Svovl filtreres fra, og Vædsken inddampes stærkt og hensættes til Krystallisation. Kry-stallerne bredes paa et enkelt Lag Filtrerpapir og beskyttes ved at lægge et enkelt Lag Filtrerpapir løst derover.

Prøves for Natriumkarbonat, -sulfit og -sulfat.

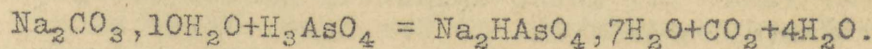
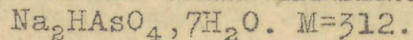
NATRIUMKOBOLTINITRIT.



Fremstilles af Koboltnitrat.

Dette vigtige Reagens paa Kaliumsalte fremstilles paa følgende Maade. I en tohalset, woulfisk Flaske opløses 150 Grm. Natriumnitrit i 150 Grm. varmt Vand. Efter Afkøling til 40-50° (hvorefter atter udskilles Krystaller af NaNO_2), tilsættes 50 Grm. krystalliseret Koboltnitrat ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2, 6\text{H}_2\text{O}$) og derpaa under stærk Omrystning 50 cm³ Eddikesyre (50 %) i smaa Portioner. Den tohalsede, woulfiske Flaske forsynes med et Til- og Afledningsrør og sættes i Forbindelse med Sugepumpen, hvorefter der suges en kraftig Luftstrøm igennem i en halv Time. Vædsken filtreres gennem Planfiltrum for Sugepumpen. Er Filtratet ikke klart, filtreres det endnu en Gang gennem samme Filter. Det brune Bundfald bestaar af Natriumkoboltinitrit og noget Kaliumkoboltinitrit. Det tekniske Natriumnitrit indeholder nemlig altid Kaliumnitrit. Bundfaldet opløses for Størstedelen i 50 cm³ Vand ved 70-80°, og Opløsningen filtreres gennem et lille Filter fra uopløst Kaliumkoboltinitrit og forenes med Hovedopløsningen. Det samlede Rumfang udgør nu c. 300 cm³. Der fældes med 250 cm³ Alkohol (96 %), der tilsættes fra en Sprøjteflaske under Omrøring. Bundfaldet filtreres paa et Planfiltrum og vadskes 4 Gange med 25 cm³ Alkohol, der frasuges helt hver Gang, og derefter 2 Gange med 25 cm³ Ether. Udbyttet er efter Tørring i Luften c. 75 % af det teoretiske. Det er et lysegult, mikrokrySTALLINSK Pulver, der skal kunne opløses klart i Vand, og Opløsningen maa ikke give Bundfald ved Henstand (E. Biilmann).

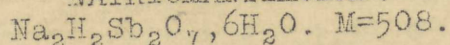
SEKUNDÆRT NATRIUMARSENAT.



Fremstilles af Arsensyrtinganhydrid.

Arsensyre fremstilles af Arsensyrting, som omtalt under dette. En Opløsning af Arsensyre neutraliseres under Kogning med en Opløsning af krystalliseret Natriumkarbonat, der tilsættes lidt efter lidt for at undgaa større Overskud af Natriumkarbonat. Opløsningen filtreres og inddampes til Krystallisation. Moderluden frasuges, og Krystallerne tørres mellem Filtrerpapir. Maa ikke indeholde Arsensyrting og Natriumkarbonat.

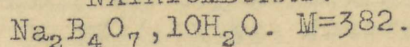
NATRIUMANTIMONAT.



Fremstilles af Kaliumantimonat.

En mættet Opløsning af Natriumklorid fældes med en mættet Opløsning af Kaliumantimonat. Det krystallinske Bundfald udvaskes for Sugepumpen og tørres paa Vandbad.

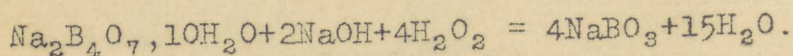
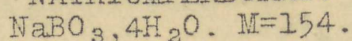
NATRIUMBORAT.



Fremstilles af Boraks.

I en Porcelænsskaal opløses almindeligt Boraks i sin lige Vægt kogende, destilleret Vand. Opløsningen filtreres ned i en anden vejet Skaal og hensættes til rolig Krystallisation. Moderluden hældes fra den udskilte Saltmasse, som paany opløses, den Gang i $1\frac{1}{2}$ Gang sin Vægt kogende Vand og filtreres ned i en Skaal, hvori Opløsningen henstilles til rolig Krystallisation. Naar Vædsken er afsvalet, frahældes Moderluden, og Skaalen henstilles (bedst i lodret Stilling), til Saltmassen er bleven saa tør, at den kan løsnes med en Glasspatel. Den løsnede Masse knuses noget i en Porcelænmorter, udbredes paa nogle Ark Filtrerpapir, der lægges over hverandre dækkede ganske løst med et enkelt Lag Filtrerpapir, og vil nu efter 24 Timers Henliggen ved sædvanlig Stuetemperatur have nøjagtig den rette Vandmængde.

NATRIUMPERBORAT.



1°. 20 Grm. pulveriseret Boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7, 10\text{H}_2\text{O}$) opløses i 25 Grm. varmt Vand. Til denne Opløsning sættes en Opløsning af 4 Grm. rent Natriumhydroxyd i 10 Grm. Vand. Efter at den saaledes tilvejebragte Opløsning er afkølet til $c. 15^\circ$, tilsættes 120 cm^3 Brintoverilteopløsning (3%), saaledes at den hele Vædskemængde er $c. 160 \text{ cm}^3$. Blandingen, der henstilles i en Kuldeblending til næste Dag (et Døgn), tilsættes om nødvendigt en Krystal af Natriumperborat. Det udskilte, krystallinske Perborat udvaskes med koldt Vand for Sugeren paa Büchners Tragt, derpaa med Alkohol og tilsidst med Æther.

I Stedet for 120 cm^3 Brintoverilteopløsning (3%) kan anvendes 12 cm^3 af den 30%-holdige Opløsning, altsaa ialt $c. 80 \text{ cm}^3$. Udkrystallisationen foregaar da langt hurtigere og ved alm. Temperatur:

2°. $\text{H}_3\text{BO}_3 + \text{NaOH} + \text{H}_2\text{O}_2 = \text{NaBO}_3 + 3\text{H}_2\text{O}$. 40 Grm. rent Natriumhydroxyd opløses i 200 cm^3 Vand; til Opløsningen sættes 60 Grm.

krystalliseret Borsyre under Omrøring, indtil alt er opløst. Til den lunkne Opløsning sættes 120 cm³ Brintoverilteopløsning (30 %). Det hele stivner til en næsten fast Masse, der udrøres med 400 cm³ Vand. Efter et Par Dages Forløb, naar Luftudviklingen næsten er standset, frafiltreres Bundfaldet, der udvaskes med Alkohol og tilsidst med Æther.

$3^{\circ} \text{Na}_2\text{O}_2 + \text{H}_3\text{BO}_3 = \text{NaBO}_3 + \text{NaOH} + \text{H}_2\text{O}$. 62 Gram krystalliseret Borsyre udrøres i 500 cm³ Vand. Blandingen stilles i Sne eller Is, og naar den er afkølet, tilsættes efterhaanden og i smaa Portioner 78 Gram Natriumoverilte under langsom Omrøring. Temperaturen i Blandingen maa under Processen ikke overstige 30°. Opløsningen henstilles til næste Dag. Det udskilte Perborat behandles paa sædvanlig Maade (Odin T. Christensen).

KALIUMBROMID.

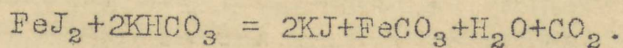
KBr. M=119.



Ammoniakvand, der er 5-10 %, kommes i en woulfisk Flaske og tildryppes Brom fra en Skilletragt. Det udviklede Kvælstof ledes til et Gasometer. Der maa stadig sørges for et Overskud af Ammoniakvand, hvilket ses paa, at Vædsken ikke farves gul. Opløsningen af Ammoniumbromid hældes i en Skaal og tilsættes under Kogning en Opløsning af Kaliumbikarbonat. Naar Vædsken ikke mere indeholder Ammoniak, filtreres og hensættes til Krystallisation. Saltet omkrystalliseres, og Krystallerne bredes paa et enkelt Lag Filtrerpapir, hvorover der atter løst lægges et enkelt Lag Filtrerpapir.

KALIUMJODID.

KJ. M=166.

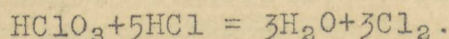
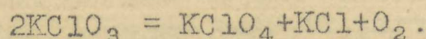


Fremstilles af Jod.

Pulveriseret Jern udrystes med 10 Dele Vand i en Kolbe og tilsættes det af Ligningen beregnede Jod i smaa Portioner. Ved svag Opvarmning fremkommer snart Ferrojodidets grønne Farve, hvorpaa Opløsningen filtreres. Filtratet fældes med en 30 %-holdig Opløsning af surt Kaliumkarbonat, som tilsættes efterhaanden. Det udfældede Ferrokarbonat frafiltreres, og Opløsningen afdampes til Krystallisation. Krystallerne tørres paa et enkelt Lag Filtrerpapir, løst dækkede af et enkelt Lag.

KALIUMPERKLORAT.

$KClO_4$. M=138,5.

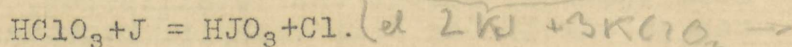


Fremstilles af Kaliumklorat.

Af den kemiske Ligning beregnes, hvormeget Ilt der dannes ved Processen. Da et Grammolekyl Ilt indtager 22,25 Liter ved 0° og 760 mm's Tryk, kan man beregne, hvormeget den dannede Ilt fylder. Dette Rumfang afmærkes nu paa et Gasometer. I en 250 cm^3 's Kolbe, der er anbragt paa et Traadnet over et kraftigt Gasblus, opvarmes Kaliumkloratet ved en stadig forøget Varme. Tilsidst borttages Traadnettet. Kolben er lukket med en gennem-boret Prop, fra hvilken et Glasrør fører ind i Gasometret. Kort efter, at Kaliumkloratet er smeltet, begynder en livlig Iltudvikling, og naar Vandstanden har naaet Mærket, fjernes Røret fra Gasometret, og Blusset slukkes. Efter Afkøling udkoges Kolbens Indhold med stærk Saltsyre, saalænge der fremkommer Lugt af Klor, hvorefter det inddampes til Tørhed i en Skaal. Inddampningsresten opløses i 6 Dele Vand under Kogning. Den kogende Opløsning filtreres og hensættes til Krystallisation. Saltet maa omkrystalliseres saa mange Gange, at det ikke reagerer paa Sølvnitrat.

KALIUMJODAT.

KJO_3 . M=214.



(halsmellet 3KCl + 2KJ)

(el 2KJ + 3KClO₃ →)

Fremstilles af Kaliumklorat.

I en Kolbe paa en Liter opløser man ved Kogning 100 grm. Kaliumklorat i 600 grm. Vand, tilsætter 20 grm. Salpetersyre (paa c. 25 %) og til den varme Vædske lidt efter lidt og under hyppig Omrystning 110 grm. pulveriseret Jod. Naar alt Jod er opløst, overmætter man Vædsken ved Tilsætning af 15 grm. Kaliumkarbonat, filtrerer den kogende og henstiller til Krystallisation. Det udskilte Salt omkrystalliseres af kogende Vand og tørres, skilt fra Filtret, ved en Temperatur af c. 150° .

Opløselighed 1:2,1/100 og 1:3,1/100

KALIUMANTIMONAT.

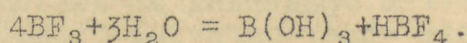
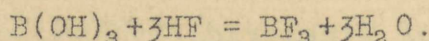
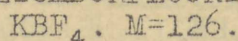
$K_2H_2Sb_2O_7 \cdot 4H_2O$. M=504.

Fremstilles af Antimon.

En Blanding af 1 Del pulveriseret Antimon og 4 Dele Kaliumnitrat forpuffes i smaa Portioner i en glødende, hessisk Digel. Antimonet iltes herved af Nitratet. Naar alt er tilsat, glødes yderligere i nogen Tid under Omrøring med en Jernspatel.

Massen antager efterhaanden en hvidlig Farve, hvorefter den ud-
tages af Diglen og pulveriseres efter Afkøling. Efter nogen
Tids Henstand med koldt Vand, til Kaliumnitrit og Overskud af
Kaliumnitrat er opløst, udvadskes den gullige Rest af K_2SbO_3 med
Vand. Den bringes i Opløsning ved at koges i flere Timer med 12
Dele Vand i en Skaal. Det fordampede Vand maa af og til erstat-
tes. Opløsningen filtreres fra en ringe Rest og inddampes til
Salthinde. Krystallerne bredes paa et enkelt Lag Filtrerpapir
løst dækket af eet Lag.

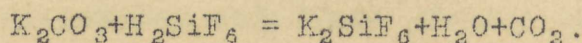
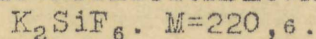
KALIUMBORFLUORID.



Fremstilles af Borsyre.

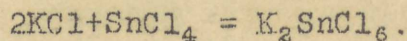
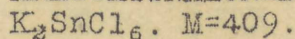
156 grm. pulveriseret Flusspat og 62 grm Borsyre blandes og
kommes i en 2 Liters Kolbe. Kolben lukkes med en gennemboret
Prop, hvori er anbragt et temmelig vidt Glasrør af 1 Meters Læng-
de. Til Blandingen sættes 327 grm. raa Saltsyre, der fortyndes
med 150 grm. Vand. Kolben stilles derefter paa Sandbad og opvar-
mes 2-3 Timer, indtil Flusspatets Rumfang ikke mere aftager.
Blandingens Temperatur skal ligge saa nær som muligt ved Koge-
punktet, dog maa der ikke gaa Dampe bort fra Rørets øverste Mun-
ding. Røret, der tjener som Kondensator, skal forhindre Tab af
Borsyre og Saltsyre. Naar altsaa Kalciumfluoridet næsten er op-
løst, slukkes Blusset, og Kolben staar hen til Afkøling. Efter
Fortynding med 250 cm^3 Vand filtreres Vædsken gennem et Filter,
hvis Spids støttes af et lille, hærdet Filter. Filtratet fældes
med en varm, mættet Opløsning af Kaliumklorid, saa længe denne
frembringer Bundfald. (Tilberedes af 75 grm. KCl og 150 grm. Vand).
Bundfaldet frasuges paa en Büchners Tragt, udrøres med koldt
Vand, frasuges atter, og saaledes fortsættes, til det ikke gi-
ver tydelig Saltsyrereaktion. Det godt frasugede Bundfald om-
krystalliseres af Ammoniakvand for at befries for et ringe Ind-
hold af Kaliumsiliciumfluorid. Da Saltet er langsom opløseligt,
udrystes det med $700-800 \text{ cm}^3$ Ammoniakvand i en Kolbe, der hen-
stilles i længere Tid enten i kogende Vand eller paa Sandbad.
Naar omtrent alt er opløst, filtreres i en Varmtvandstragt. Ved
Afkøling udkrystalliserer smukke Krystaller af KBF_4 , der frasu-
ges og udvadskes med koldt Vand paa et plant Filter. Saltet tør-
res i en Skaal i Tørreskabet eller paa Vandbad. Kaliumborflu-
orid, der er et hvidt, krystallinsk Pulver, opløses ved 20° i
223 Dele Vand, ved 100° i 16 Dele Vand.

KALIUMSILICIUMFLUORID.



Det under Brintsiliciumfluorid omtalte Filtrat neutraliseres med en Opløsning af Kaliumkarbonat. Det geleagtige Bundfald udvadskes, til Vadskevandet har neutral Reaktion, og tørres i en Skaal paa Vandbad.

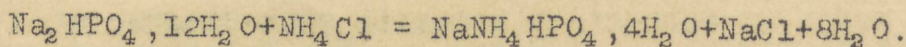
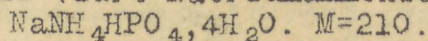
KALIUMTINKLORID.



Fremstilles af Tinklorid.

Til en filtreret Opløsning af Kaliumklorid i Vand (1+3) sættes efterhaanden under Omrøring Tinklorid. Opløsningen indampes i en Skaal til Krystallisation.

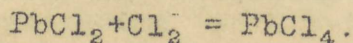
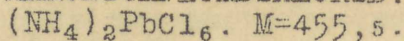
FOSFORSALT (surt Natriumammoniumfosfat).



Fremstilles af sekundært Natriumfosfat.

De af ovenstaaende Ligning beregnede Mængder af fosforsurt Natron og Klorammonium opløses i den mindst mulige Mængde kogende Vand i en Skaal. Der tages altsaa Hensyn til det dannede Salts Opløselighed i kogende Vand. Vædsken gøres svagt ammoniakalsk og henstilles til rolig Krystallisation. Moderluden suges fra, og Saltet udvadskes med lidt koldt Vand, hvorefter det opløses i saa lidt Vand som muligt, gøres ammoniakalsk og hensættes til Krystallisation. Saaledes fortsættes, til Saltet er rent. Surt Natriumammoniumfosfat opløses i 6 Dele Vand ved 15° og i 1 Del Vand ved 100° .

AMMONIUMPLUMBIKLORID.

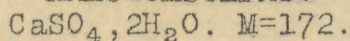


Fremstilles af Blyklorid.

50 grm. Blyklorid kommes sammen med 900 grm. konc. Saltsyre af Vgtfl. 1,125 i en Kolbe paa en Liter. Kolben anbringes i en Kuldeblanding af Is og Vand og forsynes med et Til- og Afled-

ningsrør. Under jævnlig Omrystning af Kolben tillede der nu Klor, til alt Blykloridet er opløst, og Væsken har antaget en gul Farve. Kloret vadskes med en ringe Mængde Vand i en woulfisk Flaske, og Overskuddet ledes gennem en woulfisk Flaske med 200 cm³ Saltsyre og derefter til Sugeren. Den klare, gule Vædske fældes med en mættet Ammoniumkloridopløsning af 20 grm. Ammoniumklorid. Det gule, krystallinske Bundfald udvadskes med kold, klorholdig Saltsyre, frasuges omhyggeligt og tørres mellem to enkelte Lag Filtrerpapir, der ligger løst over hinanden.

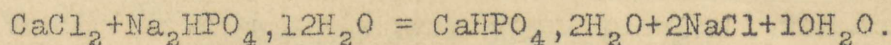
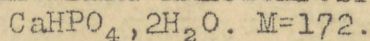
KALCIUMSULFAT.



Fremstilles af Marmor.

Den under Kalciumpkarbonat omtalte rene, konc. Opløsning af Kalciumpklorid fældes med fortyndet Svovlsyre. Bundfaldet udvadskes med koldt Vand og tørres udbredt paa eet Lag Filtrerpapir.

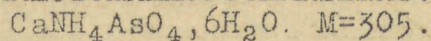
SEKUNDÆRT KALCIUMFOSFAT.



Fremstilles af Marmor.

Den under Kalciumpkarbonat omtalte rene, alkaliske Opløsning af Kalciumpklorid fældes, efter at være neutraliseret med Saltsyre og fortyndet stærkt, med en fortyndet Opløsning af sek. Natriumpfosfat. Bundfaldet udvadskes for Saltsyre og tørres i en Skaal paa Vandbad.

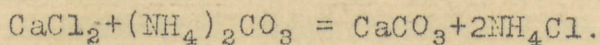
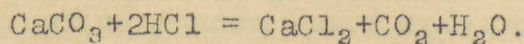
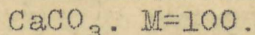
KALCIUMAMMONIUMARSENAT.



Fremstilles af Arsensyrting.

Arsensyrting iltes til Arsensyre, som omtalt under denne. Arsensyre opløses, og Opløsningen gøres ammoniakalsk og hældes i den nedenfor omtalte Kalciumpkloridopløsning, hvoraf der anvendes et ringe Overskud. Bundfaldet udvadskes med 2 % Ammoniakvand, til det er fri for Saltsyre, bredes ud paa et enkelt Lag Filtrerpapir, hvorover der atter lægges et enkelt Lag, og tørres paa denne Maade ved svag Varme.

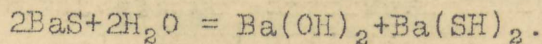
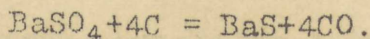
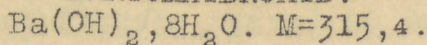
KALCIUMKARBONAT.



Fremstilles af Marmor.

neutral Marmor opløses i Saltsyre i en Kolbe paa Sandbad. Saltsyren maa være 15-20 %. Opløsningen koges i nogen Tid med Klor-kalk, hvorved Væsken maa blive alkalisk. Bundfaldet filtreres fra, Væsken gøres ~~ammoniakalsk~~ og filtreres atter. Den saaledes rensede Opløsning fældes med Overskud af en Hjortetaksalt-opløsning under Kogning. Bundfaldet vadskes med kogende Vand, til det ikke giver Klorreaktion, og tørres i en Skaal paa Vandbad. *neutral*

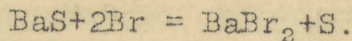
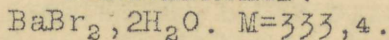
BARYUMHYDROXYD.



Fremstilles af Tungspat.

Af Ligningen beregnes Mængden af Kulstof, og $1\frac{1}{2}$ Gang denne Mængde Kulpulver blandes med pulveriseret Tungspat. Blandingen kommes i en hessisk Lerdigel og dækkes med Kulpulver i et Lag, der er $1\frac{1}{2}$ cm tykt. Laaget lægges paa Diglen, der anbringes i et Glødekapel og hvidglødes. Efter Afsvaling udkoges Blandingen med Vand, og Remanensen udvadskes med kogende Vand, til Filtratet ikke længere synes gult. Filtratet koges med Kobberilte i en Skaal, til en filtreret Prøve giver hvidt Bundfald med en Blysaltopløsning. Væsken filtreres kogende ned i en Kolbe paa en Liter. Kolben tilproppes og hensættes til Krystallisation. Krystallerne befries saa vidt muligt fra Moderluden, hvoraf flere kan vindes, aftrykkes mellem Filtrerpapir og kommes paa Glas.

BARYUMBROMID.

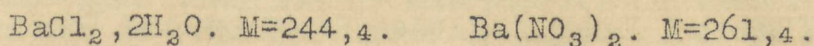


Fremstilles af Tungspat.

Til det ovenfor omtalte gule Filtrat, der indeholder Baryumsulfid, sættes Brom til sur Reaktion. Svovlbrinten bortkoges,

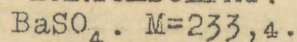
Svovlet frafiltreres, og Filtratet inddampes til Krystallisation. Krystallerne bredes paa et enkelt Lag Filtrerpapir, og dækkede løst med et enkelt Lag af dette tørres de ved svag Varme.

BARYUM-KLORID og -NITRAT.



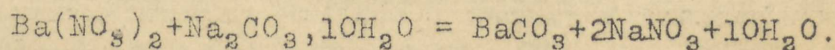
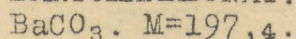
Fremstilles ved at sætte ren, fortyndet Saltsyre eller ren, fortyndet Salpetersyre til den ovenfor omtalte, gule Opløsning af Baryumsulfid indtil sur Reaktion. Svovlbrinten bortkoges, Svovlet frafiltreres, og Filtratet inddampes til Krystallisation. Nitratet tørres i en Skaal paa Vandbad. Kloridet mellem to enkelte, løse Stykker Filtrerpapir.

BARYUMSULFAT.



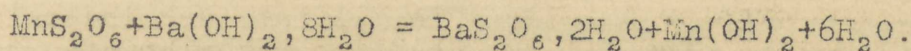
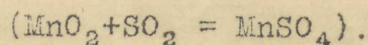
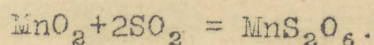
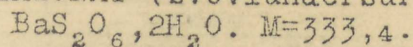
Den ovenfor omtalte filtrerede Opløsning af Baryumklorid fældes med fortyndet Svovlsyre. Bundfaldet vadskes frit for Saltsyre først ved Dekantation senere paa Filter og tørres i en Skaal paa Vandbad.

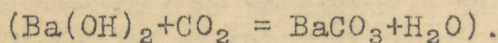
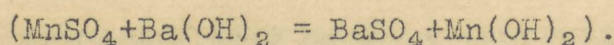
BARYUMKARBONAT.



Den ovenfor omtalte, filtrerede og fortyndede Opløsning af Baryumnitrat fældes med en fortyndet Opløsning af Natriumkarbonat. Den varme Opløsning af Baryumsaltet haves i et Cylinderglass, og hertil sættes den varme Opløsning af Natriumkarbonat lidt efter lidt under Omrøring. Bundfaldet udvadskes med kogende Vand først ved Dekantation senere paa Filter og tørres i en Skaal paa Vandbad. Maa ikke indeholde Nitrat.

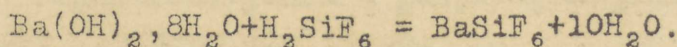
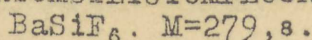
BARYUMDITHIONAT (svovlundertsurt Baryt).





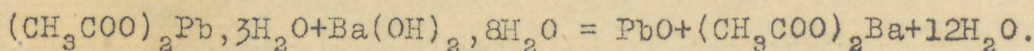
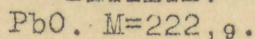
Pulveriseret Brunsten koges i 10 Min. med sin dobbelte Vægt Salpetersyre (10-20 %), udvadskes ved Dekantation for Salpetersyre og kommes i en Kolbe med 4 Dele Vand. Til Blandingen, der holdes afkølet i Vand, tilledes Svovlsyrling (dobbelt saa meget som Ligningen fordrer), der vadskes gennem lidt Vand. Kolben rystes af og til. Afkølingen maa være omhyggelig, da der ellers dannes Manganosulfat; Tilledningen maa ikke være for hurtig. Naar SO_2 -Udviklingen er forbi, filtreres Vadsken, og Filtratet fældes med Baryumhydroxyd i Overskud. Bundfaldet filtreres fra, og Overskud af Baryumhydroxyd fjernes med Kulsyre. Efter Filtration inddampes til Krystallisation. Krystallerne tørres mellem to enkelte, løse Lag Filtrerpapir.

BARYUMSILICIUMFLUORID.



Den omtalte Opløsning af Brintsiliciumfluorid neutraliseres med en klar, filtreret Opløsning af Baryumhydroxyd. Bundfaldes udvadskes med kogende Vand, til Vadskevandet reagerer neutralt, og tørres i en Skaal paa Vandbad.

BLYILTE.

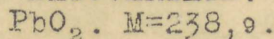


Fremstilles af Blyacetat.

Til en kogende, filtreret, klar Opløsning af Baryumhydroxyd sættes en filtreret Opløsning af Blyacetat i et ringe Under-skud. Bundfaldet udvadskes, til Vadskevandet ved Opvarmning ikke giver Reaktion med svag Svovlsyre.

Tørres i en Skaal paa Vandbad.

BLYOVERILTE.



Fremstilles af Blyacetat.

En filtreret Blyacetatopløsning, der indeholder c. 30 %

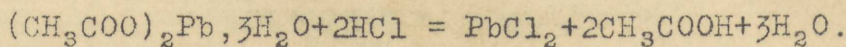
$(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$

- 29 -

~~$(\text{CH}_3\text{COOPb})_2$~~ , $3\text{H}_2\text{O}$, blandes i en woulfisk Flaske med Natronlud, der indeholder c. 20 % NaOH. Af den sidste Opløsning anvendes en Fjerdedel mere, end der fordres efter Ligningen. Til Blandingen ledes 3 Gange mere Klor, end der fordres efter ovenstaaende Ligning. Kloret, der vadskes med lidt Vand, ledes bort til en woulfisk Flaske med fortyndet Natriumhydroxyd (Fig. 3) eller til Sugeren. Det brune Bundfald af Blyoverilte udvadskes ved Dekantering, til det er frit for Klor, og koges derefter med c. 10 % holdig Salpetersyre, indtil en udtagen Prøve efter Udvadskning med Vand ved Kogning med Salpetersyre giver et Filtrat, der ikke fældes af en Kaliumkromatopløsning. Blyoveriltet udvadskes derpaa, til Vadskevandet reagerer neutralt, og tørres i en Skaal paa Vandbad.

BLYKLORID.

PbCl_2 . M=277,9.

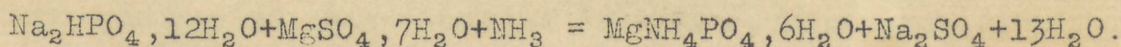


Fremstilles af Blyacetat.

Blyacetat opløses i 3 Dele Vand, Opløsningen filtreres og fældes med Saltsyre, der indeholder 25 % HCl. Bundfaldet udvadskes ved Dekantation med koldt Vand, til det er frit for Eddikesyre, og tørres i en Skaal paa Vandbad.

MAGNIUMAMMONIUMFOSFAT.

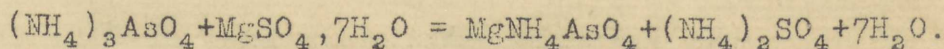
$\text{MgNH}_4\text{PO}_4, 6\text{H}_2\text{O}$. M=245,3.



Til en fortyndet, ammoniakalsk Opløsning af sekundært Natriumfosfat sættes draabevis under Omrøring en Opløsning af Magniumsulfat, Ammoniumklorid og Ammoniak, hvilke 3 Stoffer opløses i følgende Forhold: $\text{MgSO}_4, 7\text{H}_2\text{O} + 2\text{NH}_4\text{Cl} + 2\text{NH}_3$. Magniumsulfatet og Ammoniumkloridet opløses sammen, og hertil sættes Ammoniakvand. Bundfaldet udvadskes med 2 %-Ammoniakvand, indtil det ikke giver Reaktion med Sølvnitrat eller Baryumklorid. Det bredes paa et enkelt Lag Filtrerpapir, dækkes med et enkelt, løst Lag og tørres saaledes ved svag Varme.

MAGNIUMAMMONIUMARSENAT.

$\text{MgNH}_4\text{AsO}_4, 6\text{H}_2\text{O}$. M=289,3.

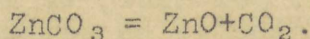
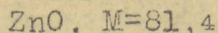


Fremstilles af Arsensyrling.

Af Arsensyrling fremstilles Arsensyre, som omtalt under denne, og bringes derefter i Opløsning, som gøres ammoniakalsk.

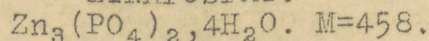
Præparatet fremstilles nu paa ganske samme Maade som det forrige, kun at man anvender den ammoniakalske Arsensyreopløsning i Stedet for den ammoniakalske Natriumfosfatopløsning.

ZINKILTE.

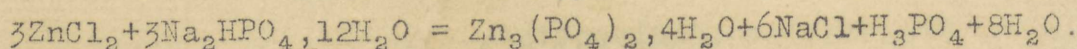
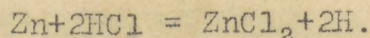


Fremstilles af Zinkkarbonat, der glødes i en Skaal over aaben Ild, til en Prøve opløses i fortyndet Saltsyre uden at give Kulsyrereaktion.

ZINKFOSFAT.



25 gr 20% HCl



Fremstilles af Zink.

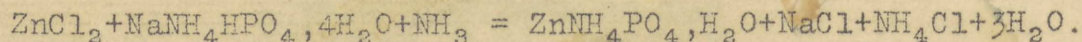
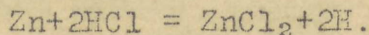
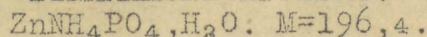
Zink opløses i Saltsyre, der indeholder 20-30 % HCl, i en Kolbe paa Sandbad. Naar Brintudviklingen er ophørt, filtreres fra et ringe Overskud af Zink. Vædsken koges med Klorvand for at ilte Jern, og til den kogende Vædske tilsættes Natriumkarbonatopløsning, indtil der kommer et ringe, blivende Bundfald. Kogningen fortsættes, til en filtreret Prøve af Vædsken ikke giver Reaktion paa Jern. Den filtrerede, rene Opløsning af Zinkklorid gøres stærkt sur med Eddikesyre og fældes med en Opløsning af sekundært Natriumfosfat. Bundfaldet vadskes, til det ikke giver Klorreaktion, bredes ud paa Filtrerpapir, beskyttes ved at der lægges et enkelt Lag løst derover, og tørres paa denne Maade ved ganske svag Varme.

13 gr HCl

90 gr Na₂HPO₄ / 100 g

56 gr H₂O

ZINKAMMONIUMFOSFAT.

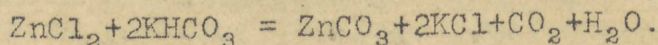


Fremstilles af Zink.

Af Ligningen beregnes Mængdeforholdet af Stofferne. Zink opløses i Saltsyre, og Opløsningen renses som omtalt under forrige Præparat. Den rene, filtrerede Opløsning af Zinkklorid fældes med en ammoniakalsk Opløsning enten af sekundært Natriumfos-

fat eller af Fosforsalt. Bundfaldet udvadskes, til det ikke giver Klorreaktion, bredes ud paa Filtrepapir, beskyttes mod Snavs ved at der lægges et enkelt Lag løst derover, og tørres ved ganske svag Varme.

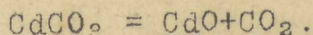
ZINKKARBONAT.
 ZnCO_3 . M=125,4.



Fremstilles af Zink.

Der fremstilles først en ren Opløsning af Zinkklorid, saaledes som omtalt under Fremstillingen af Zinkfosfat. Denne Opløsning fældes med et Overskud af en fortyndet Opløsning af surt Kaliumkarbonat. Bundfaldet udvadskes, til det ikke giver Klorreaktion, og tørres i en Skaal paa Vandbad.

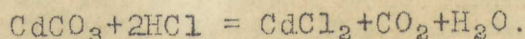
KADMIUMILTE.
 CdO . M=128.



Fremstilles af Kadmium.

Iltet fremstilles ved at gløde Karbonatet (der altsaa først maa fremstilles), til en Prøve ved Behandling med fortyndet Saltsyre ikke giver Kulsyrereaktion. Glødningen foretages i en Skaal over aaben Ild, medens der stadig omrøres.

KADMIUMSULFID.
 CdS . M=144.

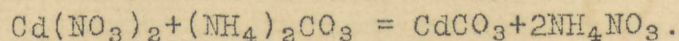
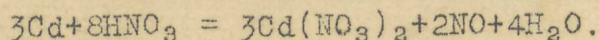


Fremstilles af Kadmium.

Kadmiumkarbonat (se nedenfor) opløses i fortyndet Saltsyre. Opløsningen fældes med Svovlbrinte i en woulfisk Flaske med Til- og Afledningsrør. Der tilledes 2 Gange saa meget Svovlbrinte, som der fordres efter ovenstaaende, kemiske Ligning. Sulfidet vadskes frit for Saltsyre med varmt Vand og tørres i en Skaal paa Vandbad.

KADMIUMKARBONAT.

CdCO_3 . M=172.



Fremstilles af Kadmium.

Kadmium opløses i den beregnede Mængde Salpetersyre paa 25-30 % HNO_3 . Naar der er en ringe Rest tilbage, hældes Vædsken fra denne over i en Skaal og fortyndes med 40 Gange Kadmiumets Vægt varmt Vand og koges under Tilsætning af en Hjortetaksaltopløsning, til der fremkommer et ringe, men blivende Bundfald. Efter Filtration fældes den rene Opløsning af Kadmiumnitrat med Overskud af en Hjortetaksaltopløsning. Bundfaldet udvadskes med kogende Vand, til det ikke viser Reaktion for Salpetersyre eller Ammoniak, og tørres i en Skaal paa Vandbad.

ALUMINIUMKLORID.

AlCl_3 . M=133,5.

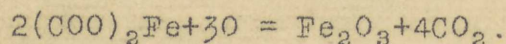
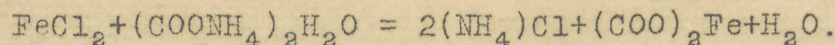
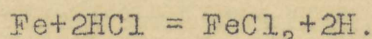


Fremstilles af Aluminium.

Aluminiumspaaner, der udvadskes med Alkohol og Æther, kommes i Retorten, der hører til det under Fremstillingen af Klor omtalte Apparat (Fig.4), og forbrændes i en Klorstrøm. Tilledningsrøret bør gaa næsten ned til Bunden af Retorten, og denne, der opvarmes paa et Sømbad, vælges rigelig stor for at undgaa Tilstopning af det sublimerende Klorid. For at faa et godt Præparat bør Klortilledningen ske langsomt og Opvarmningen være saa stærk som mulig. Af Klor anvendes 2-3 Gange mere, end der fordres efter Ligningen. Naar Udviklingen er forbi, ledes en Strøm af tør Kulsyre gennem Retorten, hvorefter dens nederste Halvdel ved et enkelt Slag slaas fra for at skille tilbageblivende Urenheder fra det sublimerede Aluminiumklorid. Dette kommes hurtigt i et tareret Glas, hvis Prop kan parafineres. Aluminiumkloridet vil som Regel være svagt gulligt paa Grund af et ringe Indhold af Jernklorid. Kogepunkt 183° .

REDUCERET JERN.

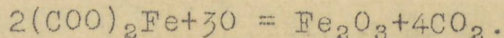
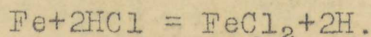
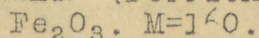
Fe = 56.



Fremstilles af Smedejern.

Søm opløses i Saltsyre, der indeholder 25-30 % HCl, i en Kolbe paa Sandbad. Vædsken filtreres fra en ringe, uopløst Rest af Jern og fældes med en Opløsning af Ammoniumoxalat. Bundfaldet udvadskes og ophedes i en Skaal paa Sandbad, til der er dannet Jernilte, som fordeles jævnt i et Glasrør af tungsmelteligt Glas. Dette anbringes i en Glødeovn, og dets Ender lukkes med Propper, hvorigennem der fører Glasrør. Det ene udmunder i Atmosfæren, det andet staar i Forbindelse med et Brintudviklingsapparat med Vadske- og Tørreflaske (Fig 1 og 2). Naar Brinten har fortrængt den atmosfæriske Luft, tændes Blussene under Ovnen efterhaanden, og Glødningen fortsættes saa længe, der optræder Vanddamp ved Rørets frie Ende. Blussene slukkes, og Røret afsvales, først i en Brintstrøm derefter i en tør Kulsyrestrøm. Det færdige Ferrum reductum kommes i et Glas, der fyldes med Kulsyre.

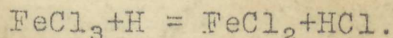
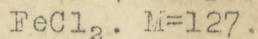
JERNILTE (Ferrioxyd).



Fremstilles af Jern.

Søm opløses i fortyndet Saltsyre (15-20 % HCl). Der tages et ringe Overskud af Jernet. Naar Brintudviklingen er ophørt, filtreres fra uopløst Jern, og Opløsningen fældes med Ammoniumoxalat. Det gule Bundfald udvadskes med kogende Vand, til Filtratet ikke længere opaliserer med Sølvnitrat. Efter Tørring i en Skaal paa Vandbad ophedes det paa Sandbad, til det er omdannet til Jernilte.

FERROKLORID (Jernforklorid).

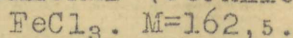


Fremstilles af vandfrit Ferriklorid.

20 grm. vandfrit Ferriklorid kommes saa hurtig som mulig i en fuldstændig tør og opvarmet Retort og tilledes en kraftig Strøm af omhyggelig tørret og ren Brint (se dette). Retorten forbindes med et Forlag, der ved et U-formet Rør med vandfrit Kalciunklorid staar i Forbindelse med Sugeren, hvortil den dannede Klorbrinte ledes, dersom man ikke vil opsamle den i Vand. Brinttilledningsrøret naar til Midten af Retorten, og denne, der staar paa et Sandbad, maa ikke opvarmes, før Brinten, der strømmer gennem Apparatet, er fri for Luft. Saa snart Massen i Retorten er

bleven hvid, og der ikke mere udvikles Klorbrinte, er Præparatet færdigt. Man afkøler Retorten under langsom Brinttilledning og slaar den itu, før den er helt afkølet. Ferrokloridet kommes straks paa Glas. Ferroklorid danner hvide, temmelig luftbestandige Skæl, der kan smelte og sublimere.

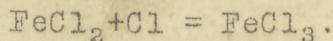
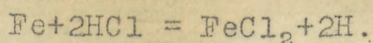
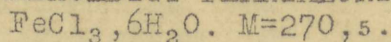
FERRIKLORID (Jernklorid).



Fremstilles ved Glødning af Jern i Klor.

Klaverstrænge klippes i Stykker, der er 2-3 cm lange, og kommes i en Retort, der ikke bør være for lille, og som udgør en Del af det Apparat (Fig 4), der er omtalt under Stoffers Forbrænding i Klor. Retorten opvarmes saa stærkt som muligt paa et Sandbad, og Kloret, hvoraf der tilledes 3 Gange mere, end der fordres efter Ligningen, bør tilføres i en langsom Strøm. Jernkloridet vil da sublimere og sætte sig i den øverste Halvdel af Retorten, medens der bliver en ringe Rest af Urenheder tilbage paa Retortens Bund. Naar Klorudviklingen er forbi, sendes en Strøm af tør Kulsyre gennem Retorten, som derefter slaas forsigtig itu, saaledes at Urenheder og Glas ikke bliver blandet med det sublimerede Jernklorid. Dette kommes hurtig paa et tareret Glas, hvis Prop kan parafineres. Jernklorid koger ved 280° .

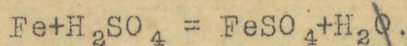
VANDHOLDIGT FERRIKLORID.



Fremstilles af Jern.

Almindelige Søm opløses i Saltsyre (25-30 % HCl) i en Kolbe paa Sandbad. Væsken filtreres fra en ringe, uopløst Rest af Jern ned i en woulfisk Flaske, der forsynes med Til- og Afledningsrør. Væsken gøres saltsur og tilledes Klor, til Ferrojonen er omdannet til Ferrion. Der maa ogsaa her anvendes Overskud af Klor. 2-3 Gange mere end teoretisk vil være passende. Kloret vadskes gennem en lille woulfisk Flaske med Vand, og Overskudet ledes til Sugeren eller ned i fortyndet Natriumhydroxydopløsning (Fig.3). Væsken inddampes i en tareret Skaal først over aaben Ild senere paa Vandbad, indtil dens Vægt er lig den Mængde af Saltet, $\text{FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}$, der skulde dannes af den Mængde Jern, der er opløst, eller til den har Vægtfylden: 1,67. Ved Afkøling i Isvand vil da hele Skaalens Indhold stivne til en fast, krystallinsk Masse, der kommes paa et Glas. Prøves for Foriltesalt og basisk Salt.

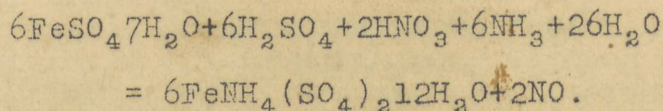
FERROSULFAT.
 $\text{FeSO}_4, 7\text{H}_2\text{O}$. M=278.



Fremstilles af Jern.

Almindeligt Smedejern opløses i fortyndet Svovlsyre (25 % H_2SO_4) ved længere Tids svag Opvarmning i en Kolbe paa Sandbad. Opløsningen filtreres kogende fra en ringe Rest uopløst Jern ned i et Bægerglas med et Par cm^3 koncentreret Svovlsyre. Heri udtrubleres Saltet i koldt Vand, idet der stadig røres i Væsken under Afkølingen. Moderluden suges fra Krystallerne, der holdes tilbage i Tragten alene ved en lille Spids af hærdet Filtrerpapir. Efter Afskylning med Vand tørres Krystallerne udbredte paa et enkelt Lag Filtrerpapir og dækkes af et løst Lag Filtrerpapir.

FERRIAMMONIUMSULFAT (Jernalun).
 $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2, 12\text{H}_2\text{O}$. M=482.



Fremstilles af Ferrosulfat.

Af Ligningen udregnes den Mængde H_2SO_4 , HNO_3 og NH_3 , der fordres til Fremstilling af Saltet, og hvormeget der dannes af dette. Ferrosulfatet kommes i en Kolbe og opløses i sin lige Vægt Vand, tilsættes Halvdelen af den beregnede Mængde koncentreret Svovlsyre og opvarmes paa Vandbad. Gennem en Tragt tilsættes nu lidt efter lidt under Omrystning den beregnede Mængde HNO_3 (som Salpetersyre af Vgtfl. 1,40). Efter c. $\frac{1}{2}$ Times Opvarmning prøves for Ferrojonen. Dersom alt ikke er iltet, tilsættes draabevis Salpetersyre til fuldstændig Iltning. Kolbens Indhold hældes i en tareret Skaal, og Kvelstofferne bortdampes.

Den anden Halvdel af den beregnede Mængde konc. Svovlsyre fortyndes med Vand, til den indeholder 25 % H_2SO_4 og neutraliseres derefter med den teoretiske Mængde NH_3 (Ammoniakvand paa 25 % NH_3). Vægten af den saaledes dannede Opløsning af Ammoniumsulfat skal tillige med Skaalens Indhold veje lige saa meget som det dannede Salt + tre Fjerdedele af dets Vægt Vand. Skaalens Indhold inddampes altsaa til denne Vægt, inden Opløsningen af Ammoniumsulfat tilsættes. Udkrystallisationen fremmes ved at stille Skaalen i Isvand. Dannelsen af basisk Salt forhindres ved at tilsætte nogle cm^3 konc. Svovlsyre. Af Moderluden kan vindes flere Krystaller. Saltet er opløseligt i 3 Dele Vand ved 15° . - Prøves for Salpetersyre og Ferrosalt.

Eks: Fremstilling af Ammoniumferrisulfat af 278 grm $\text{FeSO}_4, 7\text{H}_2\text{O}$.

1ste Opl: 278 grm. $\text{FeSO}_4, 7\text{H}_2\text{O}$.

278 - H_2O .

49 - H_2SO_4 (50 grm. konc. Svovlsyre).

21 - HNO_3 (32,3 grm. Salpetersyre Vgtfl:1,40).

2den Opl: 49 grm. H_2SO_4 (50 grm. konc. Svovlsyre)
+ 150 grm. Vand = 200 grm. Svovlsyre (25 % H_2SO_4)
17 grm. NH_3 (68 grm. Ammoniakvand Vgtfl: 0,91)

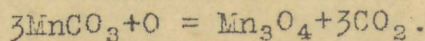
Den samlede Vægt af Opl. af $(NH_4)_2SO_4$ = 268 grm.

Der dannes: 481 grm. $(NH_4)Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ + $\frac{3}{4}$ Vand (=361 grm)
ialt: 842 grm.

Vægten af Skaalens Indhold skal efter Inddampningen være:
 $842 \div 268 = 574$ grm.

MANGANMELLEMILTE.

Mn_3O_4 . M=229.

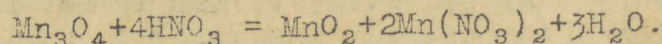
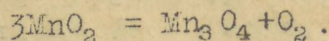
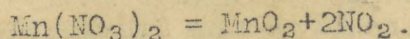
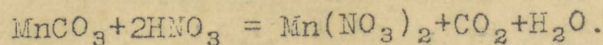


Fremstilles af Manganokarbonat.

Manganokarbonat ophedes i en Skaal under Omrøring over
aaften Ild, indtil en udtagen Prøve ikke viser Kulsyrereaktion.

MANGANOVERILTE.

MnO_2 . M=87.

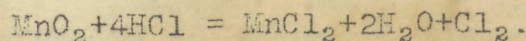


Fremstilles af Manganokarbonat.

Manganokarbonat udrøres til en tyk Grød med stærk Salpe-
tersyre, hvorpaa Blandingen glødes svagt i en hessisk Lerdigel.
Glødningsresten udkoges med fortyndet Salpetersyre og vadskes
med kogende Vand fri for Salpetersyre. Det udvadskede Mangan-
overilte maa ikke give en farvet Vædske ved Kogning med svag
Salpetersyre.

MANGANOKLORID.

$MnCl_2 \cdot 4H_2O$. M=198.

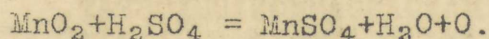
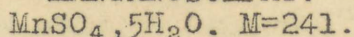


Fremstilles af Brunsten.

Granuleret Brunsten opløses i 2 Gange den teoretiske Mæng-
de konc. Saltsyre i en Kolbe paa Sandbad. Opløsningen hældes ud
i en Skaal og inddampes til Tørhed, hvorefter der ophedes svagt
endnu nogen Tid. Glødningsresten opløses i Vand, og Opløsningen
filtreres. En Sjettedel af Filtratet fældes med en Opløsning af

Natriumkarbonat i Overskud. Det frafiltrerede Bundfald udvadskes med kogende Vand. 5 Sjettedele af dette frisk fældede Manganokarbonat koges straks med de 5 Sjettedele af Filtratet, indtil en filtreret Prøve ikke giver Reaktion med Rhodankalium (=Kaliumthiocyanat). (Fe, Cu og Al). Væsken filtreres nu, tilsættes den sidste Sjettedel af Manganokarbonatet i fugtig Tilstand, mættes med Svovlbrinte og henstilles. Det opstaaede Bundfald (Ni og Co) filtreres fra, og Svovlbrinten bortkoges. Den nu rene Opløsning af Manganoklorid inddampes til Krystallisation eller fældes med Vinaand efter stærk Koncentration. Krystallerne breddes paa et enkelt Lag Filtrerpapir og tørres ved alm. Temperatur.

MANGANOSULFAT.



1°. Af Brunsten.

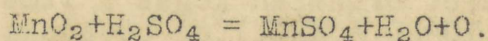
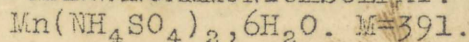
Pulveriseret Brunsten koges en Snes Minutter med 2 Dele svag Salpetersyre (10-20 % HNO_3) og vadskes med kogende Vand, først ved Dekantation senere paa groft Filter, indtil Vadskevandet reagerer neutralt. Det fugtige Pulver kommes med Filter i en Lerdigel sammen med lige Dele konc. Svovlsyre og glødes svagt, til der ikke længere bortgaar Svovlsyredampe. Den graalige Masse udkoges med Vand og udvadskes med kogende Vand paa Filter, til Filtratet er farveløst. Dette samlede Filtrat behandles som angivet ovenfor. Altsaa en Sjettedel af det fældes med en Opløsning af Natriumkarbonat i Overskud. Det frafiltrerede Bundfald udvadskes med kogende Vand osv. Den rene Opløsning af Mangano-sulfat inddampes til Krystallisation eller fældes med Vinaand efter stærk Koncentration. Saltet tørres udbredt paa Filtrerpapir, kun dækket løst af et enkelt Lag.

100 Dele Vand opløser ved 15° 64 Dele, ved 54° 75 Dele og ved 100° 53 Dele af det vandfri Salt.

2°. $\text{MnCO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{MnSO}_4 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$. Af Manganokarbonat.

Manganokarbonat tilsættes fortyndet Svovlsyre, til det næsten er opløst. Opløsningen koges og filtreres. Derpaa inddampes til Krystallisation.

MANGANOAMMONIUMSULFAT.



Fremstilles af Brunsten.

Pulveriseret Brunsten koges en Snes Minutter med 2 Dele fortyndet Salpetersyre (10-20 % HNO_3), udvadskes med kogende

Vand, først ved Dekantation senere paa et groft Filter, til Vadskevandet reagerer neutralt. Det fugtige Pulver kommes sammen med Filter i en Lerdigel og blandes med lige Dele konc. Svovlsyre. Blandingen glødes svagt, til der ikke mere bortgaar Svovlsyredampe. Glødningsresten udkoges og udvadskes paa Filter, til Filtratet er farveløst. Det samlede Filtrat fældes - under Kogning i en Skaal - med smaa Portioner af en Opløsning af Ammoniumkarbonat, indtil en filtreret Prøve ikke giver Reaktion for Jern med Kaliumthiocyanat. Vædsken filtreres, mættes med Svovlbrinte, filtreres atter og koges, til Svovlbrinten er bortgaaet.

Til denne rene Opløsning af Manganosulfat sættes en Opløsning af en passende Mængde Ammoniumsulfat. Manganooammoniumsulfat udkrystalliseres ved Inddampning og befries for Overskud af Ammoniumsulfat ved Omkrystallisation.

MANGANOAMMONIUMFOSFAT.

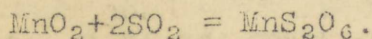
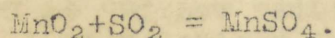
$Mn(NH_4)PO_4, H_2O$. $M=186$.

Fremstilles af Manganosulfat.

50 grm. $MnSO_4, 5H_2O$ og 50 grm. $(NH_4)_2SO_4$ opløses i varmt Vand. Opløsningen filtreres ned i en 2 Liters Kolbe, fortyndes til c. $\frac{1}{2}$ Liter, tilsættes 50 cm^3 Svovlsyrlingvand og opvarmes til Kogning. Til den kogende Opløsning sættes en filtreret Opløsning af 75 grm. Natriumfosfat opløst i Vand og 50 cm^3 Ammoniakvand. Kolben fyldes nu helt med udkogt Vand, tilproppes og henstilles. Krystalpulveret udvadskes paa Sugefilter, udbredes paa et enkelt Lag Filtrerpapir og tørres, løst dækket af et enkelt Lag, ved ganske svag Varme.

MANGANOKARBONAT.

$MnCO_3$. $M=115$.



Fremstilles af Brunsten.

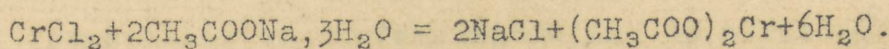
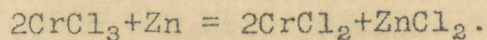
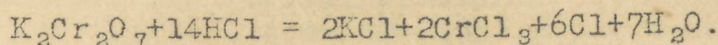
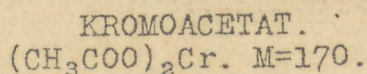
1^o Der fremstilles først en ren Opløsning af Manganosulfat, saaledes som omtalt under Fremstillingen af Manganooammoniumsulfat, og denne fældes derefter med en Opløsning af Ammoniumkarbonat i Overskud. Det udfældede Manganokarbonat udvadskes med kogende Vand, til det er rent, og tørres derpaa paa Vandbad. Prøves for Svovlsyre.

2^o. Pulveriseret Brunsten koges $\frac{1}{2}$ Time med 2 Dele fortyndet Salpetersyre (10-20 % HNO_3), og udvadskes med kogende Vand, først ved Dekantation derefter paa Filter, til Vadskevandet reagerer neutralt. Det fugtige Pulver udrøres med 5 Dele Vand og tilledes 2 Molekyler Svovlsyrling for hvert Molekyl Manganoverilte. Opløsningen filtreres, opvarmes til Kogning og fældes brudt

med en Opløsning af Ammoniumkarbonat, til en filtreret Prøve ikke giver Reaktion for Jern. Efter Filtrering mættes med Svovlbrinte, filtreres atter, og Svovlbrinten bortkoges. Den filtrerede Opløsning fældes nu med en Ammoniumkarbonatopløsning i Overskud. Det udfældede Manganokarbonat behandles som angivet ovenfor.

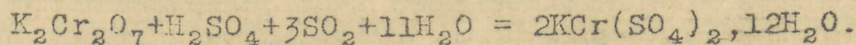
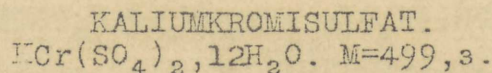
KROMFORILTESALTE.

Som Udgangspunkt for Fremstilling af Kromforiltesalte anvendes Kromoacetat, hvorfor dettes Fremstilling omtales her.



100 grm. Kaliumdikromat opløses i 500 grm. konc. Saltsyre i en Kolbe paa Sandbad. Den udviklede Klor kan bruges til Fremstilling af et Præparat, hvor der skal anvendes Klor.

Naar Klorudviklingen er forbi, inddamper man Opløsningen til et ringe Rumfang i en Skaal over aaben Ild. Efter Afkøling filtreres det udskilte Kaliumklorid fra og udvadskes med 400 grm. Saltsyre. Det samlede Filtrat kommes i en Kolbe og tilsættes 300 grm. Zink. Der begynder nu en meget livlig Brintudvikling. Kolben lukkes med en dobbeltgennemboret Prop, hvori er indsat et kort Glasrør, der kan lukkes med en Kautschukslange og et 2 Gange bøjet Glasrør, der naar til Bunden af Kolben og tjener som Hævert. Saa snart Vædsken har antaget en ren, lyseblaa Farve, klemmes Kautschukslangen sammen, og den udviklede Brint trykker Vædsken over i Hæverten, hvis frie Ende er forbundet med et lige Kuglerør, hvori der er et ganske løst Lag af Asbest. Vædsken filtreres derved umiddelbart uden at komme i Berøring med Luften ned i en Opløsning af 500 grm. Natriumacetat i 2 Liter Vand. Det røde Bundfald udvadskes flere Gange ved Dekantering med Vand, der er mættet med Kulsyre. Det opbevares som Pasta. - Det røde Salt opløses i fortyndet Saltsyre med blaa Farve under Dannelse af Kromklorid.



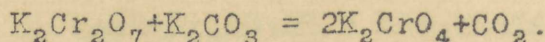
Fremstilles af Kaliumdikromat..

Kaliumdikromat opløses i 4 Dele Vand og tilsættes $1\frac{1}{2}$ Gange den beregnede Mængde konc. Svovlsyre. Blandingen kommes i en woulfisk Flaske, der stilles i Isvand og tilledes den dobbelte Mængde Svovlsyrling, som fordres efter Ligningen. Svovlsyrlingen vadskes med Vand, og Overskudet ledes ned i fortyndet Natriumhydroxyd (Fig. 3). Efter at Svovlsyrlingen er ledet til, hældes Væsken i en Skaal og hensættes til Krystallisation. Af Moderluden vindes flere Krystaller ved forsigtig Inddampning paa Vandbad ved en Temperatur af $50-60^{\circ}$. Temperaturen maa ikke være højere, da Saltet ellers gaar over til den grønne Modifikation, der først krystalliserer ved lang Tids Henstand.

Saltet maa renses for Svovlsyre ved Omkrystallisation af 3 Dele Vand ved $50-60^{\circ}$. Krystallerne bredes ud paa Filtrerpapir og tørres ved alm. Temperatur.

KALIUMKROMAT.

K_2CrO_4 . M=194,5.

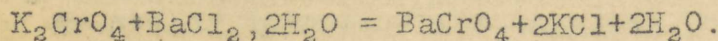


Fremstilles af Kaliumdikromat.

Til en Opløsning af Kaliumdikromat sættes under Kogning en Opløsning af Kaliumkarbonat indtil tydelig alkalisk Reaktion. Opløsningen filtreres og inddampes til Krystallisation. 100 Dele Vand opløser ved 15° 50 Dele K_2CrO_4 ; ved 100° 60 Dele. Saltet udbredes paa Filtrerpapir og tørres ved alm. Temperatur eller i en Skaal paa Vandbad.

BARYUMKROMAT.

$BaCrO_4$. M=253,6.

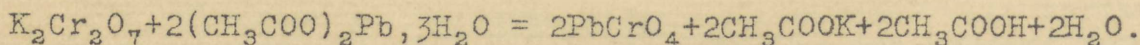
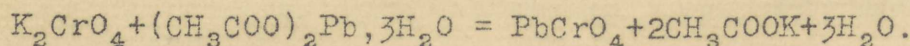


Fremstilles af Kaliumkromat.

En fortyndet Opløsning af Kaliumkromat fældes med en fortyndet Baryumkloridopløsning. Bundfaldet udvadskes med varmt Vand, til det er frit for Klorid. Tørres i en Skaal paa Vandbad.

BLYKROMAT (Kromgult).

$PbCrO_4$. M=323.



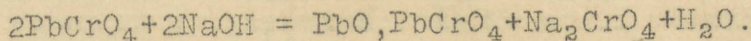
Fremstilles af Kaliumkromat eller Kaliumdikromat.

En fortyndet Opløsning af nævnte Salte fældes med en fortyndet Opløsning af Blyacetat. Bundfaldet udvadskes, til Vadske-

vandet ikke - selv ved Opvarmning - giver Bundfald med svag Svovlsyre. Tørres i en Skaal paa Vandbad.

BASISK BLYKROMAT (Kromrødt).

$PbO, PbCrO_4$. M=546.

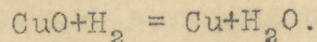


Fremstilles af Blykromat.

Blykromat opvarmes med en Opløsning af Natriumhydroxyd paa 15 % (den beregnede Mængde NaOH) paa Vandbad en Time under stadig Omrøring. Bundfaldet vadskes med varmt Vand, til Vadskevandet løber farveløst igennem. Tørres i en Skaal paa Vandbad.

REDUCERET KOBBER.

Cu. M=63,6.



Fremstilles af Kuprisulfat.

Kobberilte fremstilles paa den nedenfor angivne Maade af Kuprisulfat og glødes derefter i en Brintstrøm, til der ikke mere bortgaar Vand. Kobberiltet fordeles jævnt i et Gløderør af tungsmelteligt Glas, og dette anbringes i en almindelig Glødeovn. Røret er lukket i hver Ende med en Prop, hvorigennem fører et kort Glasrør. Gennem det ene tilledes Brinten, gennem det andet afledes Vanddampene. Brinten udvikles i Apparatet, der er omtalt under Fremstillingen af denne (Fig. 1 eller 2), og ledes først gennem alkalisk Kaliumpermanganatopløsning derefter gennem Svovlsyre. Naar Brinten har været ledet til i nogen Tid, prøves for Knaldluft, og først naar denne er dreven ud, tændes Blussene. Man begynder med det Blus, der er nærmest Brintudviklingsapparatet, og tænder derefter lidt efter lidt de andre Blus 2-3 ad Gangen fra samme Side. Naar der ikke mere bortgaar Vanddampe, er Reduktionen forbi, og Gassen slukkes. Rørets Indhold afsvales i Brintstrømmen og kommes paa et Glas, der er fyldt med Kulsyre og lukkes hurtig.

KOBBERILTE.

CuO . M=79,6.



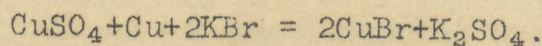
Fremstilles af Kuprisulfat.

En fortyndet, kogende Opløsning af Natriumhydroxyd fældes med en varm, fortyndet Opløsning af Kuprisulfat, hvorefter Blandingen koges nogen Tid. Af Natriumhydroxyd anvendes et ringe Overskud. Bundfaldet udvadskes, til Vadskevandet ikke indehol-

der Sulfat, og tørres i en Skaal, først paa Vandbad derefter paa Sandbad og til Slutning over aaben Ild for at uddrive det sidste Vand. Ved større Mængder glødes det tilsidst svagt i en Digel.

KUPROBROMID.

CuBr. M=143,6.



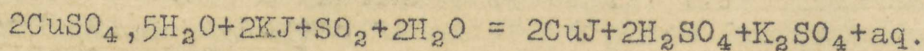
Fremstilles af Kuprisulfat.

125 grm. Kuprisulfat, 360 grm. Kaliumbromid, 800 grm. Vand, 110 grm. konc. Svovlsyre og 200 grm. Kobber koges i en Kolbe, der er forsynet med et Allians Svalerør og anbragt paa Sandbad. Naar Vædsken er omtrent affarvet, filtreres den ned i en stor Mængde Vand. Kuprobromidet udvadskes, til det er frit for Svovlsyre, og tørres i en Skaal paa Vandbad.

Det store Overskud af Brombrinte vil efterhaanden opløse det dannede Kuprobromid.

KUPROJODID.

CuJ. M=190,5.

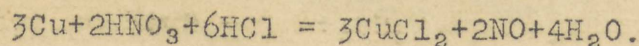


Fremstilles af Kuprisulfat.

En filtreret Opløsning af Kuprisulfat i 4 Dele Vand og en filtreret Opløsning af Kaliumjodid i 2 Dele Vand blandes i en woulfisk Flaske og tilledes 2-3 Gange den beregnede Mængde Svovlsyrling, der vadskes gennem lidt Vand. Naar Bundfaldet er blevet lyst, graaliggult, vadskes det frit for Svovlsyre og tørres i en Skaal paa Vandbad.

KUPRIKLORID.

CuCl₂. M=134,6.



Fremstilles af Kobber.

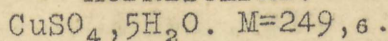
Vandholdigt Kupriklorid, CuCl₂, 2H₂O.

Kobberet kommes i en Kolbe og tilsættes 2-3 Gange mere end beregnet Saltsyre (med et Indhold af 20 % HCl) og den beregnede Mængde Salpetersyre (med 20 % HNO₃). Kolben opvarmes paa Sandbad, til der ikke mere udvikles Kvælstofilte. Derefter tilsættes lidt Salpetersyre, der opvarmes atter, og saaledes fortsættes, indtil der kun er en ringe Rest af Kobber tilbage. Vædsken inddampes derefter til Tørhed i en Skaal paa Vandbad eller under stadig Omrøring paa Sandbad. Resten opløses i Vand. Opløs-

ningen filtreres og inddampes til Krystallisation. Af Moderlu-
den vindes flere Krystaller ved Inddampning. Krystallerne tør-
res uden Anvendelse af Varme mellem to løse Lag Filtrerpapir.
Prøves for Salpetersyre.

Vandfrit Kupriklorid. Det vandholdige Salt tørres i Tørre-
kasse ved 100-110°, eller man kan inddampe Opløsningen til Tør-
hed paa Vandbad i Stedet for til Krystallisation og tørre ved
110°.

KUPRISULFAT.

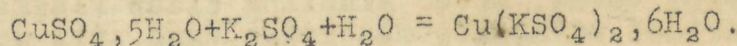
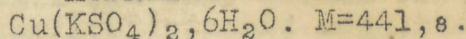


Fremstilles af Kobber.

Kobber opløses i en Blanding af fortyndet Svovlsyre (20 %
 H_2SO_4) og fortyndet Salpetersyre (20-30 % HNO_3) i det af Lignin-
gen beregnede Forhold. Opløsningen foregaar i en Kolbe paa Sand-
bad under Opvarmning. Skulde Udviklingen af Kvalstoffer være
ophørt, inden Kobberet er omtrent opløst, sættes der lidt mere
Salpetersyre til.

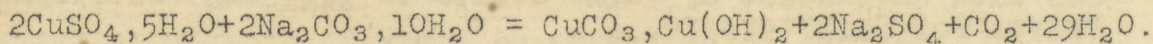
Naar der kun er en ringe Rest Kobber tilbage, inddampes
Opløsningen til Tørhed paa Sandbad. Resten ophedes under stadig
Omrøring, til der ikke bortgaar Svovlsyre mere. Dette sker for
at fjerne Salpetersyre og omdanne Jern til uopløseligt, basisk
Salt. Resten udkoges med Vand. Opløsningen filtreres og inddam-
pes til Krystallisation. 10 Dele af Krystallerne opløses i 6
Dele kogende Vand og udtrubleres i en Skaal, der er stillet i
koldt Vand. Det udtrublerede Saltpulver frafiltreres, presses
mellem Filtrerpapir og tørres, tyndt udbredt paa nogle Lag Fil-
trerpapir og løst dækket med et Ark Papir ved at henligge ved
almindelig Stuetemperatur i 24 Timer.

KUPRIKALPUMSULFAT.



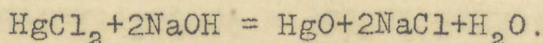
Til en Opløsning af Kuprisulfat i sin halve Vægt kogende
Vand sættes en kogende Opløsning af Kaliumsulfat i sin 4-dobbel-
te Vægt Vand under Tilsætning af 1 cm^3 konc. Svovlsyre for hver
10 Gram anvendt Kaliumsulfat. Efter Filtration udkrystalliserer
Saltet ved Afkøling.

BASISK KOBBERKARBONAT.
 $\text{CuCO}_3, \text{Cu}(\text{OH})_2$. M=221.



En varm, fortyndet Opløsning af Kuprisulfat fældes med en varm, fortyndet Opløsning af Natriumkarbonat. Det grønne Pulver udvadskes ved Dekantering tilsidst paa Filter med kogende Vand. Tørres paa Vandbad.

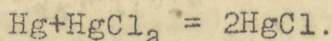
KVÆGSØLVILTE (Merkurioxyd).
 HgO . M=216.



Fremstilles af Kvægsølv.

Efter Fremstilling af Merkuriklorid af Kvægsølv, saaledes som omtalt nedenfor, fældes en fortyndet Opløsning af dette med en fortyndet Opløsning af Natriumhydroxyd. Bundfaldet udvadskes, til det er frit for Klorid, og tørres i en Skaal paa Vandbad.

MERKUROKLORID (Kalomel)..
 HgCl . M=235,5.



Fremstilles af Kvægsølv.

Halvdelen af Kvægsølvet omdannes til Merkuriklorid (se nedenfor), dog sublimeres det ikke. Det tørre Merkuriklorid rives sammen med den anden Halvdel af Kvægsølvet under Tilsætning af nogle Draaber Alkohol for at hindre Blandingen i at støve. Naar der ikke ses Kvægsølvkugler i Morteren, kommes den fuldstændig tørre Blanding i tørre Medicinflasker paa c. 200 cm^3 . Blandingen maa kun fylde c. 50 cm^3 . Flaskerne, der lukkes med Kridtpropper, stilles paa Sandbad. Sandet skal naa lige saa højt op omkring Flaskerne som Blandingen indeni. Sublimationen foretages ved jævnt forøget Varme. Efter Afkøling slaas Flasken forsigtig itu. Merkurokloridet udvadskes med koldt Vand, til det er frit for Merkuriklorid, bredes ud paa Filtrepapir og tørres i Mørke, kun løst dækket af et enkelt Ark Papir, ved almindelig Temperatur.

MERKURONITRAT.
 $\text{HgNO}_3, \text{H}_2\text{O}$. M=280.



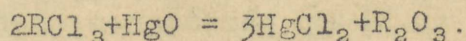
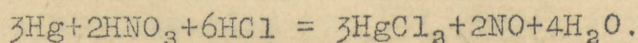
Fremstilles af Kvægsølv.

Kvægsølv overhældes med $1\frac{1}{2}$ Del Salpetersyre, der indeholder c. 25 % HNO_3 , i en Skaal, der henstilles paa et køligt Sted i fle-

re Døgn. Man omrører af og til, og naar der ikke synes at dan-
nes flere Krystaller, opvarmer man ganske svagt, til disse er
opløste. Opløsningen af Merkuronitrat hældes fra uopløst Kvæg-
sølv over i en Skaal, der er stillet i Isvand, og Saltet udtru-
bleres. Merkuronitratet bredes ud paa Filtrerpapir og tørres
løst dækket af et enkelt Ark ved almindelig Temperatur.

MERKURIKLORID (Sublimat).

HgCl_2 . M=271.



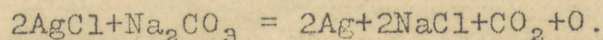
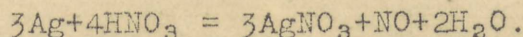
Fremstilles af Kvægsølv.

Kvægsølv opløses i Saltsyre, der indeholder 20-25 % HCl,
under Tilsætning af Salpetersyre, der indeholder 30-35 % HNO_3 .
Af Saltsyre anvendes 2-3 Gange mere, end der fordres efter Lig-
ningen. Opløsningen foregaar i en lille Kolbe paa Sandbad under
svag Opvarmning, og det er undertiden nødvendigt senere at til-
sætte lidt mere Salpetersyre.

Naar alt er opløst, inddampes Vædsken i en Skaal til Tør-
hed paa Vandbad. En Tiendedel af Saltet opløses i Vand og fældes
med Overskud af en fortyndet Opløsning af Natriumhydroxyd. Bund-
faldet vadskes frit for Klorid og tørres i en Skaal paa Vandbad.
Det fuldstændig tørre Kvægsølville og Merkuriklorid rives sam-
men og underkastes en Sublimation i en Skaal. Det tilsatte Ilte
skal omsætte sig med Klorider af Metaller, der findes som Uren-
heder i Kvægsølvet, og derved omdanne disse til ikke flygtige
Iltter. Skaalen, der skal være fuldstændig tør og er anbragt paa
Sandbad, dækkes af en Tragte, hvis Rand hviler paa Skaalen et
Par cm. over Blandingen. Tragtes Spids lukkes løst med lidt Bom-
uld, og i Mellemløbet mellem Tragten og Skaalen udvendig fyl-
des tørt Sand. Sluttes Tragten ikke helt tæt til Skaalen, kan
der lægges et tyndt Lag af Asbest om Tragten, inden Sandet paa-
fyldes. Efter Ophedning i 1-1½ Time slukkes Blusset, og Appara-
tet henstaar til fuldstændig Afkøling, inden Tragten tages af,
og Sublimatet afskrabes. Merkurikloridet kan om fornødent om-
krystalliseres af 3 Dele kogende Vand og tørres udbredt paa Fil-
trerpapir løst dækket af et enkelt Ark.

SØLV.

Ag=108.

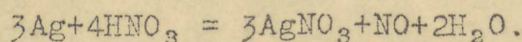


Fremstilles af Møntsølv eller Sølvstumper.

Sølv opløses i Salpetersyre, der bør indeholde 20-30 % HNO_3 . Opløsningen fortyndes med varmt Vand, filtreres og fældes med Saltsyre. Den ovenstaaende Vædske hældes fra det fældede Sølvklorid, der koges med fortyndet Saltsyre. Sølvkloridet udvaskes derefter først ved Dekantation derefter paa Filter med kogende Vand, til Vædskevandet ikke mere reagerer surt. Det godt afdryppede Sølvklorid bringes sammen med Filterspidser (for ikke at spilde noget) ned i en Morter og blandes med vandfrit Natriumkarbonat, hvoraf der tages saa meget, at Massen bliver omtrent tør. Det hele kommes i en Lerdigel, dækkes med et ringe Lag vandfrit Natriumkarbonat og glødes med paasat Laag ved jævnt forøget Varme, til det hele smelter.

Efter Afkøling slaas Diglen itu, og det rene Sølv, der da har samlet sig i en Klump paa Bunden, renses for Slagger.

SØLVNITRAT.
 AgNO_3 . M=170.



Fremstilles af Sølv.

Sølv opløses i Salpetersyre (20-30 % HNO_3). Opløsningen inddampes til Tørhed i en Skaal paa Vandbad, og Sølvnitratet smeltes derpaa i en lille Skaal paa Sandbad ved ikke for stærk Varme. Naar den smeltede Masse flyder rolig, hældes den ud paa en ikke for kold Glasplade. Dersom Sølvnitratet er blevet mørkt, fugtes det med nogle Draaber Salpetersyre og omsmeltes.

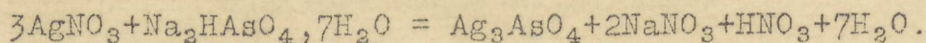
SØLVSULFAT.
 Ag_2SO_4 . M=312.



Fremstilles af Møntsølv.

Der fremstilles først rent Sølv og derpaa en Opløsning af rent Sølvnitrat. Denne fældes med den beregnede Mængde fortyndet Svovlsyre, og derefter tilsættes et lige saa stort Rumfang Vinaand, som den samlede Vædskemængde udgør. Det fældede Sølv-sulfat vaskes frit for Syre med Vinaand og tørres i en Skaal paa Vandbad.

SØLVARSENAT.
 Ag_3AsO_4 . M=463.



Fremstilles af Sølvnitrat.

En fortyndet Opløsning af Sølvnitrat fældes med en fortyndet Opløsning af Natriumarsenat. Bundfaldet udvadskes og tørres i en Skaal paa Vandbad.

SØLVKROMAT.

Ag_2CrO_4 . $M=332,2$.

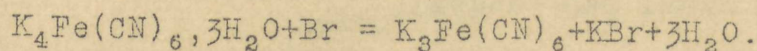
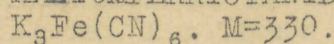


Fremstilles af Sølvnitrat.

En fortyndet Opløsning af Sølvnitrat fældes med en fortyndet, filtreret Opløsning af Kaliumkromat. Bundfaldet udvadskes paa Filter med kogende Vand, til det ikke indeholder Nitrat. Tørres i en Skaal paa Vandbad.

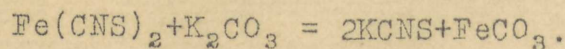
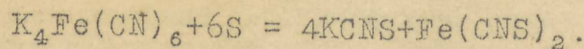
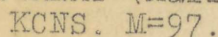
Organiske Præparater.

KALIUMFERRICYANID.



Kaliumferrocyanid opløses i 5 Dele Vand i en Kolbe. Den beregnede Mængde Brom afmaales og kommes i en Skilletragt tillige med saa meget Vand, som kan opløse en Tiendedel af Bromet. Bromet dryppes nu langsomt til den kolde Opløsning af Kaliumferrocyanid. Hver Portion Brom maa være opløst, før en ny tilsættes. Den sidste Tiendedel Brom tilsættes i Form af Bromvand. Under Tilsætningen af dette prøves, om alt er iltet, ved til en lille, udtagen Prøve at sætte nogle Draaber Ferrikloridopløsning. Naar alt er iltet, tilsættes der ikke mere Bromvand; men Opløsningen inddampes til fuldstændig Tørhed i Skaale paa Vandbad. Remanensen udtrækkes med $1\frac{1}{2}$ Gang saa meget kogende Vand, Opløsningen filtreres fra Berlinergrønt, der maaske er dannet, og inddampes paa Vandbad, til den har en Vægt, der er to Gange Inddampningsrestens. Efter Udkrystallisation tørres Krystallerne udbredt paa Filtrerpapir ved svag Varme. Over Krystallerne lægges løst et enkelt Lag Papir.

KALIUMTHIOCYANAT (Kaliumrhodanid).



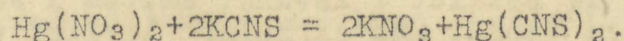
Fremstilles af Kaliumferrocyanid.

Vandholdigt Kaliumferrocyanid pulveriseres fint og varmes svagt paa en Jernpande under stadig Omrøring, til Vandet er borte. Holdes en kold Glasplade ganske nær hen over Panden, maa den ikke dugges. Det vandfrie Salt blandes med pulveriseret Svovl, hvoraf der anvendes en Tiendedel mere end beregnet af Ligningen. Blandingen smeltes i en Jerndigel med tætsluttende Laag. Diglen anbringes i et Glødekæbel, og Brændselmaterialet, der er Kokes, maa kun naa til midt paa Diglen. Efter Opvarmning i 5-10 Min.ta-

ges Diglen ud af Kuppet, og Blandingen omrøres. Dersom Blandingen ikke er helt smeltet, opvarmes endnu en kort Tid, idet Diglen af og til udtages, og Blandingen omrøres. Naar det hele er smeltet til en tykflydende Masse, afkøles Diglen, og Massen udtages, pulveriseres og udkoges 2 Gange med sin dobbelte Vægt Vand. Undertiden er det ogsaa nødvendigt at udkoge selve Diglen. Filtratet fældes med en Opløsning af Kaliumkarbonat, saa længe der fremkommer Bundfald, filtreres atter og inddampes til Tørhed paa Vandbad. Inddampningsresten udkoges 2 Gange med $1\frac{1}{2}$ Gang sin egen Vægt Vinaand i en Kolbe forsynet med Allihns Svalerør, og Filtratet hensættes til Krystallisation. Krystallerne suges fra, og af Moderluden afdestilleres Halvdelen af Vinaanden, hvorefter den ved Henstand giver flere Krystaller. De samlede Krystaller bredes paa Filtrerpapir til Tørring og dækkes løst med et enkelt Lag Papir.

KVÆGSØLVTHIOCYANAT.

$\text{Hg}(\text{CNS})_2$. M=316.



En Opløsning af Merkurinitrat (ikke Kloridet) fældes med en Opløsning af Kaliumthiocyanat. Bundfaldet udvadskes for Nitrat med Vand, frasuges og vadskes derpaa for at befries for Vand med en ringe Mængde absolut Alkohol. Tørres i en Skaal paa et varmt Sted.

KLOROFORM.

CHCl_3 . M=119,5.

Fremstilles af Æthylalkohol.

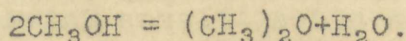
1 Kilo Klorkalk udrøres med 2 Kilo almindeligt Vand i et rummeligt Destillationsapparat af fortinnet Kobber. Apparatet opvarmes over aaben Ild, og naar Blandingen er 55° , slukkes Blusset. Der tilsættes 65 grm 90 % Æthylalkohol, Blandingen omrøres, og Hjelmen fastspændes og sættes ved et knæbøjet Glasrør i Forbindelse med et Svalerør. I en anden Gennemboring bærer Proppen i Hjelmens Tubus et Termometer. Processen begynder som Regel af sig selv i Løbet af et Kvarter. Skulde dette ikke ske, varmes svagt, dog maa Blusset slukkes, naar Termometret viser 70° eller straks, dersom Reaktionen indtræder. Indvirkningen er meget stærk straks, og først naar den aftager, begynder man at varme - i Begyndelsen kun svagt. Der opvarmes, saalænge der overgaar olie-lignende Draaber i det ellers vandige Destillat, der deler sig i to Lag. Destillatet rystes med lige Rumfang Vand og tilsættes i Skilletragten en fortyndet Opløsning af Natriumkarbonat til Neutralisation. Det underste Lag tappes fra den ovenstaaende Vædske og rystes atter i den rensede Skilletragt med sit lige Rumfang Vand. Naar Vædsken ved Henstand i Skilletragten har delt

sig fuldstændig i to Lag, lader man det nederste løbe fra og lukker Hanen, naar der er en ganske ringe Mængde tilbage (c. 1/4 - 1/2 cm³) for ikke at faa noget af Vandet med. Det i Kloroformen opløste Vand fjernes ved at ryste og henstille den med Kalciumklorid. Den rektificeres sluttelig paa Vandbad.

Kp. 61°. Vf. 1,58 ved 15°.

DIMETHYLETHER.

(CH₃)₂O. M=46.

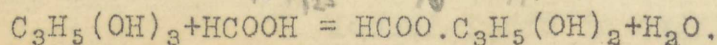
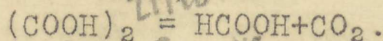


Fremstilles af Methylalkohol.

250 cm³ Methylalkohol blandes med 170 cm³ koncentreret Svovlsyre, og Blandingen kommes i en Kolbe, der er forsynet med Allihns Svalerør og anbragt paa et Sandbad. Gennem Svalerøret føres et Termometer ned i Blandingen. 2 woulfiske Flasker, hvoraf den første er tom, medens den anden indeholder 120 cm³ konc. Svovlsyre og er stillet i Isvand, sættes i Forbindelse med Svalerøret, hvori Vandet maa cirkulere livligt under Operationen. Ved 140° udvikles Ætheren og optages af Svovlsyren. Dryppes fra en Skilletragt denne Opløsning ned i Vand, frigøres Dimethylætheren. Conc. Svovlsyre opløser 600 Rf. deraf. Den er en farveløs Luftart, der først fortættes ved ÷ 23°.

MYRESYRE.

HCOOH. M=46.

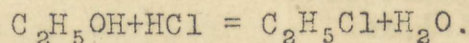
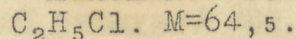


Fremstilles af Oxalsyre.

50 grm. krystalliseret Oxalsyre og 50 grm. afvandet Glycerin opvarmes i en tubuleret Retort paa Vandbad. Retorten, i hvis Tubus er indsat et Termometer, der naar ned i Blandingen, forbindes med et Liebigs Svalerør og Forlag. Ved 75° begynder Reaktionen, og ved 90° er den i fuld Gang. Naar Luftudviklingen (CO₂) aftager, fjerner man Vandbadet, og naar Termometret viser 45°, tilsættes der 50 grm. krystalliseret Oxalsyre. Der opvarmes nu paa Sandbad, og Termometret, der staar i Blandingen, maa ikke vise mere end 110°. Naar der ikke destillerer mere over, afsvales atter til 45°, og der tilsættes paany 50 grm. Oxalsyre, som ved fornyet Opvarmning omdannes til Myresyre. Saaledes tilsættes ialt 5 x 50 grm. Oxalsyre. Destillatet indeholder omtrent 55 % Myresyre. Ved Rektifikation kan vindes en Syre, der indeholder 77 %, naar man opsamler den Del, der ved 760 mm koger ved 107°. Af denne Syre vindes vandfri Myresyre ved deri at opløse vandfri Oxalsyre under Opvarmning. Der tages noget mere, end

der fordres, til af alt Vandet i Myresyren at danne den vandholdige Oxalsyre ((COOH)₂+2H₂O). Ved Afkøling i en tilproppet Kolbe udkrystalliserer Oxalsyren, og af Moderluden faas vandfri Myresyre ved Destillation. Kp.101°. Vf.1,22.

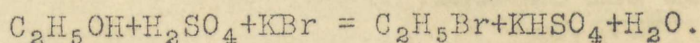
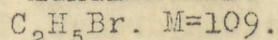
ÆTHYLKLORID.



Fremstilles af Æthylalkohol.

Til en Blanding af Æthylalkohol og dens halve Vægt smeltet Zinkchlorid ledes en langsom Strøm af Klorbrinte, der er tørret gennem konc.Svovlsyre. Kolben stilles under Processen i Isvand. Naar Klorbrinten ikke længer absorberes af Blandingen, ombyttes Karret med Isvand med et Vandbad. Kolben forbindes med en woulfisk Flaske, der er halv fyldt med en 5 %'s Opløsning af Natriumhydroxyd. Denne Vadskeflaske forbindes med en anden med Vand og denne igen med en tredje med konc.Svovlsyre. Til Opløsningen i den første sættes nogle Draaber Methylorange, og naar Farven forandres fra gul til rød, maa den fornyes. Æthylchloridet ledes fra Flasken med Svovlsyre ned i Fortætningsrøret, der er anbragt i en Kuldeblanding. Tilsmeltningen maa foregaa, medens Røret endnu staar i Kuldeblandingen. Kp.12°.

ÆTHYLBROMID:



Fremstilles af Æthylalkohol.

90 grm. Æthylalkohol sættes til 200 grm. konc. Svovlsyre i en Kolbe paa en Liter under stadig Omrystning. Tilsætningen maa foregaa saa hurtig som mulig og under Afkøling. Efter Alkoholen tilsættes 75 grm. koldt Vand og derpaa 100 grm. pulveriseret Kaliumbromid. Kolben lukkes med en Prop, der ved et knæbøjjet Rør forbindes med et Svalerør, som ender i et Næb. Forlaget er en Flaske med koldt Vand, og Næbet udmunder under Vandet. Flasken stilles i iskoldt Vand. Naar der ikke mere udskilles tunge Draaber i Forlaget, indstilles Destillationen.

Æthylbromidet har nu samlet sig paa Bunden af Flasken. Størstedelen af den ovenstaaende Vædske hældes forsigtig fra, hvorefter Æthylbromidet med Resten af Vædsken bringes over i en Skilletragt og rystes heri med Vand. Det nederste Lag, som altsaa bestaar af Æthylbromid, skilles nu omhyggelig fra det øverste. Skilletragten renses, Æthylbromidet bringes atter over i den og tilsættes saa meget af en fortyndet Opløsning af Natriumkarbonat, at det øverste Lag reagerer svagt alkalisk efter gentagen kraftig Omrystning og Henstand. Æthylbromidet tappes

nu omhyggelig fra og vadskes flere Gange paa samme Maade i Skilletragten med Vand. Efter sidste omhyggelige Fraskillelse hældes Æthylbromidet over i en Fraktionskolbe, hvori der er nogle Stykker vandfrit Kalciumklorid, og henstaar dermed godt tilpropet helst i 24 Timer. Æthylbromidet afdestilleres paa Vandbad, og i Fraktionskolbehalsen er indsat et Termometer, hvis Beholder naar et lille Stykke ned under Afledningsrøret. Forlaget stilles i Isvand. Ved 38° begynder Destillationen; ved 42° er alt Æthylbromid gaaet over.

Kp. 38,4°. Vf. 1,48.

ÆTHYLJODID.

C₂H₅J. M=156.



Fremstilles af Æthylalkohol.

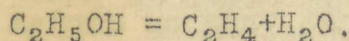
5 grm. rødt Fosfor og 40 grm. Æthylalkohol kommes i en Kvartliters Kolbe og tilsættes under stadig Omrystning og Afkøling af Kolben i koldt Vand 50 grm. pulveriseret Jod i smaa Portioner i Løbet af en halv Time.

Naar alt Jod er tilsat, forsynes Kolben med et Allihns Svalerør og henstilles i 4 Timer, hvorefter Kolben opvarmes en Time paa Vandbad. Vandet maa strømme rask gennem Svalerøret under Opvarmningen. Efter Afkøling hældes Blandingen fra det uopløste over i en tubuleret Retort, der forbindes med et Svalerør. Æthyljodidet afdestilleres paa Vandbad, rystes med Vand og affarves med nogle Draaber Natriumhydroxyd. Tørres med Kalciumklorid og rektificeres paa Sandbad.

Kp. 72. Vf. 1,9.

ÆTHYLEN.

C₂H₄. M=28.



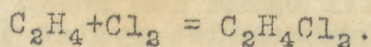
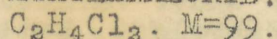
Fremstilles af Æthylalkohol.

150 grm. koncentreret Svovlsyre blandes med 25 grm. Alkohol i en 2-Liters Kolbe under Omrystning og Afkøling. Kolben anbringes paa Sandbad og lukkes med en Prop, hvori er indsat en Skilletragt og et Afledningsrør. I Skilletragten kommes en Blanding af 1 Del Alkohol og 2 Dele Svovlsyre. (Der kan ialt anvendes 300 grm. Alkohol, som under vedvarende Omrøring er blandet med 600 grm. koncentreret Svovlsyre). Kolben maa ikke opvarmes for stærkt, og Udviklingen reguleres ved at forøge eller formindske Tildrypningen. Æthylenet ledes gennem to woulfiske Flasker med Natriumhydroxydopløsning (10 % NaOH) (for SO₂) og derefter gennem en woulfisk Flaske med konc. Svovlsyre (for Alkohol og Æther). Det kan ~~opvarmes~~ paa et Gasometer.

opsamles

Til Opløsningen af Natriumhydroxyd kan sættes nogle Draaber Methylorangeopløsning, og Opløsningen maa skiftes, naar den bliver rød.

ÆTHYLENKLORID.

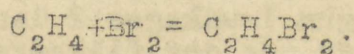
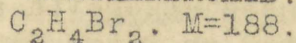


Fremstilles af Æthylen.

120 grm. pulveriseret Brunsten, 120 grm. Kogsalt, 160 grm. Vand og 200 grm. konc. Svovlsyre blandes i en tubuleret Retort, der er saa rigelig stor, at Blandingen kun fylder den halvt. Retorten stilles paa et Sandbad, og gennem Tubus fører et Glasrør 1-2 cm ned i Blandingen. Gennem dette Glasrør ledes den ovenfor omtalte Mængde Æthylen, og Retorten opvarmes ganske svagt, saaledes at der ikke undviger noget Klor. Naar Opvarmningen ledes rigtig, omdannes hele den frigjorte Klormængde. Tilledningen fortsættes, til Blandingen er bleven gullig, hvorefter Tilledningsrøret ombyttes med en Prop, og Æthylenkloridet afdestilleres. Æthylenkloridet rystes 2 Gange i en Skilletragt med svagt alkalisk Vand, derefter 2 Gange med Vand og skilles endelig i Skilletragten fra Vandet. Det henstilles derefter i en lukket Flaske med nogle Stykker vandfrit Kalciumklorid, helst i 24 Timer, og rektificeres i en tør Fraktionskolbe med Svalerør. Kp. 83° . Vf. 1,28.

Æthylenklorid kan ogsaa fremstilles ved at lede tørret Æthylen og tørret Klor sammen i en rummelig og tør, 3-halset, woulfisk Flaske (paa 1 Liter). Gennem de to Halse fører Tilledningsrørene, der naar til Bunden, og gennem den tredie Hals fører et to Gange knæbøjet Glasrør til en lille, woulfisk Flaske med Antimonpentaklorid. Denne sidste Flaske staar ved Glasrør i Forbindelse med en større og tom, woulfisk Flaske, der atter ved et Allihns Svalerør er forbunden med Sugepumpen. Tilledningen af Luftarterne maa være lige stærk, hvilket kontrolleres ved i lige lange Tider at tælle Boblerne i Vadskeflaskerne. Naar Processen er til Ende, afdestilleres man først det, der er optaget i Antimonpentakloridet og opsamler det Destillat, der gaar over inden 95° . Dette blandes med Indholdet af den tredie Flaske, og Blandingen destilleres. Man opsamler det, der gaar over inden 90° . Dette Destillat blandes med Indholdet af den første Flaske, og det samlede Æthylenklorid renses som angivet ovenfor.

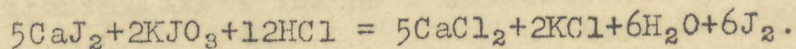
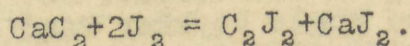
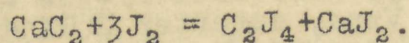
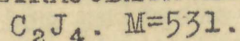
ÆTHYLENBROMID.



Fremstilles af Æthylen og Brom.

2 smaa Drechsels Vadskeflasker, der hver indeholder 25 cm³ Brom, forbindes med et Apparat til Fremstilling af Æthylen eller med et Gasometer, der er fyldt med dette. Bromet dækkes med et 1 cm³ højt Vandlag, og Dampene ledes til Sugepumpen eller til Natriumhydroxydopløsning. Flaskerne stilles i koldt Vand, da Reaktionen forløber under Varmeudvikling. Naar Indholdet i den første Flaske er farveløst, byttes Flaskerne om, og Tilledningen fortsættes, til ogsaa den anden Flaskes Indhold kun er svagt gulligt. Æthylenbromidet rystes i en Skilletragt med Vand, skilles fra og rystes atter i Skilletragten med Vand under Tilsætning af lidt fortyndet Natriumhydroxydopløsning. Ved Hjælp af Skilletragten skilles det nu fuldstændig fra det vandige Lag og tørres med vandfrit Kalciumklorid i en Flaske, der lukkes med en Prop og henstilles helst i 24 Timer under jævnlig Omrystning. Efter Fraskilning af Kalciumkloridet, rektificeres det. Der opsamles, hvad der gaar over fra 130-138^o.
Kp.138^o. Vf.2,16. Smp.9,4^o.

TETRAJODÆTHYLEN. .



Fremstilles af Kalciumkarbid.

50 grm.pulveriseret Jod opløses i en koncentreret, vandig Opløsning af 25 grm.Kaliumjodid i en Skaal under svag Opvarmning. Opløsningen afkøles til 0^o i Isvand og tilsættes under vedvarende Omrøring (med et mekanisk Røreapparat, der kan drives af en Turbine, en Varmluftsmotor e.l.) smaa Portioner af groftpulveriseret Kalciumkarbid, til Vædsken er affarvet. Skaalen tages op af Isvandet, og der tilsættes en varm Opløsning af 35 grm.Kaliumjodat i 150 grm.Vand. Skaalen stilles atter i Isvand, og man kommer nogle Stykker Is i selve Skaalen for hurtigere at faa Vædsken afkølet. Derpaa tilsættes Saltsyre (25 % HCl) til svagt sur Reaktion, hvorved Massen farves gulbrun af frit Jod. Under fortsat Omrøring kommes nu atter smaa Portioner Kalciumkarbid i, til Jodets Farve forsvinder, derpaa tilsættes Saltsyre, hvorved der atter fremkommer gul Farve, saa tilsættes Kalciumkarbid til Affarvning, og saaledes fortsættes, indtil den sidst tilsatte Saltsyre kun frembringer en gullig Tone. Reaktionen er til Ende i Løbet af 3-4 Timer.

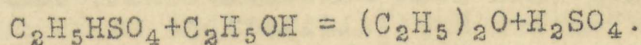
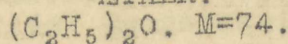
Massen, der tilsidst maa være svagt sur, bringes paa en Büchners Tragt og frasuges omhyggeligt. Den sidste Rest af Vand fjernes ved at vadske med en ringe Mængde kold Alkohol. Reaktionsproduktet (c.84 grm.) udkoges 2 Gange med Toluol i en Kolbe med Allihns Svalerør, og der filtreres kogende i en Varmt-

vandstragt ned i en Kolbe. Kolben forsynes med et Allihns Svalerør. Opløsningen bringes i Kog, og under Kogningen tilsættes en ringe Mængde pulveriseret Jod, til der er svagt Overskud deraf. Under disse Omstændigheder omdannes Dijodacetylenet let til Tetrajodæthylen.

Ved Afkøling udkrystalliserer Tetrajodæthylen. Det renses ved Omkrystallisation af kogende Toluol.

Det danner gule, glimmerlignende Krystaller, der smelter ved 187-192°, ikke er flygtige og er uden Lugt. Tetrajodæthylen kaldes ogsaa Dijodoform.

ÆTHER.

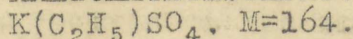


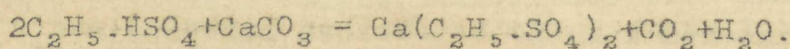
Fremstilles af Æthylalkohol.

I en Kolbe paa 1 Liter kommes 360 grm.konc.Svovlsyre og 180 grm.Æthylalkohol (90 %). Kolben stilles paa et Sandbad og lukkes med en 3 Gange gennemboret Prop. Gennem den ene Boring fører et knæbøjlet, temmelig vidt Glasrør til et Liebig's Svalerør, og i den anden er der indsat et Termometer, der naar ned i Vædsken. Den tredie Gennemboring bærer et 8-10 mm vidt Glasrør, der ogsaa naar ned i Vædsken. Dette Glasrør lukkes med en gennemboret Prop, hvori der sidder et tyndt Glasrør, der er trukket ud i en Spids og ved en Kautschukslange staar i Forbindelse med en tubuleret Flaske (Mariottes), i hvis Tubus er indsat en Glashane. Flasken tjener til Alkoholreservoir og indeholder 650 grm.Æthylalkohol (90 %). Svalerøret forbindes ved et Næb med en to-halset, woulfisk Flaske, hvori der er anbragt et Allihns Svalerør. Kolben opvarmes, til Termometret viser 140°, og derefter tildryppes Alkoholen jævnt ved at stille paa Hanen. Temperaturen maa holdes mellem 140 og 145°. Naar hele Alkoholmængden er opbrugt, skilles Apparatet ad. Destillatet neutraliseres med fortyndet Natriumhydroxydopløsning og rystes derpaa i en Skilletragt med sit lige Rumfang af en Natriumkloridopløsning paa 25 %. Det nederste Lag skilles fra, naar Ætherlaget er blevet klart. Ætheren henstilles i en lukket Flaske med vandfrit Kalciumklorid (helst i 24 Timer) og rektificeres paa Vandbad.

Kp.35°. Vf.O,72.

KALIUMÆTHYLSULFAT.



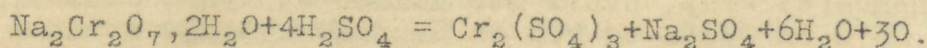
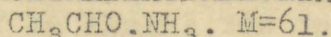


Fremstilles af Æthylalkohol.

175 grm.konc.Svovlsyre blandes i en Kolbe under jævnlig Omrystning lidt efter lidt med 250 grm.Æthylalkohol. Kolben forbindes med et Allihns Svalerør og anbringes paa et godt kogende Vandbad i 1-2 Timer. Efter Afkøling hældes Kolbens Indhold ud i en rummelig Skaal, der stilles i koldt Vand, og tilsættes under stadig Omrøring c.1½ Liter koldt Vand. Blandingen neutraliseres med Kalciumpkarbonat, der er udrørt med Vand. Det fældede Kalciumsulfat filtreres fra og udvadskes. De samlede Filtrater tilsættes en stærk Opløsning af Kaliumkarbonat, til Filtratet fra det fældede Kalciumpkarbonat netop reagerer svagt alkalisk. Naar Kalciumpkarbonatet er filtreret fra, inddampes Filtratet, der stadig (med lidt Kaliumkarbonat) maa holdes svagt alkalisk paa Vandbad til Krystallisation.

Det renses ved Omkrystallisation af Æthylalkohol paa 90 %. Krystallerne bredes ud paa Filtrerpapir og dækkes løst af et enkelt Lag. Efter kort Tids Forløb er de tørre.

ACETALDEHYDAMMONIAK.



Fremstilles af Æthylalkohol.

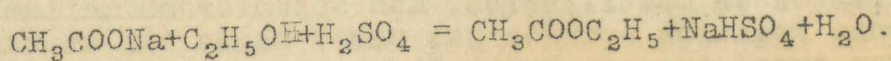
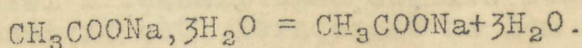
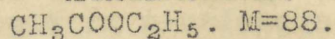
I en Kolbe paa 2 Liter kommes 200 grm.Vand og 110 grm.koncentreret Svovlsyre. Kolben lukkes med en dobbeltgennemboret Prop, der bærer en Skilletragt og et knæbøjjet Rør. Skilletragten indeholder en Blanding af 100 grm Æthylalkohol og en Opløsning af 200 grm.Natriumdikromat i 200 grm.Vand.

Det knæbøjede Rør forbindes med et Svalerør, hvorfra et Nøb fører lufttæt til en to-halset, woulfisk Flaske, i hvis anden Hals er anbragt et Allihns Svalerør. Kolben stilles paa Traadnet, og Indholdet opvarmes til Kogning, hvorpaa Blusset slukkes, og Blandingen i Skilletragten tildryppes i smaa Portioner. Den ved Reaktionen opstaaede Varme er tilstrækkelig til at holde Kolbens Indhold i Kog under Tildrypningen. Dersom Reaktionen aftager, opvarmes Kolben ved et lille Blus. Skilletragtens Spids bør være 3 cm over Vædskeoverfladen i Kolben, og den woulfiske Flaske stilles i en Kuldeblending af Is og Salt. Dersom der alligevel bortgaar Acetaldehyd, maa Tildrypningen foregaa langsommere. Naar alt er tildryppet, opvarmes endnu en kort Tid til begyndende Kogning, og Apparatet skilles derpaa ad. Den woulfiske Flaskes Indhold, der bestaar af Acetaldehyd, Æthylalkohol, Acetal $(CH_3CH(OC_2H_5)_2)$ og Vand, hældes over i en Kolbe.

Da Acetaldehyd ikke ved fraktioneret Destillation kan skilles fuldstændig fra de nævnte Stoffer, overføres det til Acetaldehydammoniak, hvoraf det rene Acetaldehyd kan vindes. Man forbinder derfor Kolben med et Allihns Svalerør, der holdes fyldt med Vand af 30°. Fra Svalerørets øverste Ende fører et Z-formet Glasrør til en lille woulfisk Flaske med 50 cm³ Æther, og denne staar atter i Forbindelse med en anden woulfisk Flaske, der ligeledes indeholder 50 cm³ Æther. Begge Flaskerne staar i en Kuldeblanding, og i den anden Hals af den sidste Flaske er der indsat et kort Glasrør, der er aabent til Atmosfæren. Kolben opvarmes paa et Traadnet, og Væsken holdes svagt kogende i 5-10 Minutter. Man kan undgaa, at Ætheren stiger tilbage i Kolben, ved at forstærke Blusset. Den ætheriske Opløsning af Acetaldehyd hældes i et Bægerglas, der anbringes i en Kuldeblanding og tilledes luftformig, tør Ammoniak.

I en lille Kolbe hældes 100 cm³ konc. Ammoniakvand. Kolben stilles paa et Traadnet og lukkes med en Prop, hvorfra et Glasrør fører til Foden af et Kalktaarn. Fra dets øverste Aabning fører et Glasrør til Spidsen af en lille Tragt, der ender omvendt c. 1 cm under Overfladen af den ætheriske Opløsning i Bægerglasset. Naar Opløsningen er mættet med Ammoniak, dækkes Bægerglasset med en Glasplade og henstilles en Time. Det udskilte Acetaldehydammoniak filtreres fra, vaskes et Par Gange med Æther og tørres i en Ekssiccator.

ÆTHYLACETAT.



Fremstilles af Natriumacetat.

Natriumacetat afvandes ved at opvarmes paa en Jernpande over aaben Ild. Saltet smelter først i sit Krystalvand, og naar dette er fordampet, stivner det atter. Opvarmningen fortsættes, indtil det vandfrie Salt atter smelter, men maa ikke være for stærk, da Saltet ellers sønderdeles. Panden bevæges derfor frem og tilbage over Gasblusset, og Saltet skræbes jævnlig løst med en Jernspatel. Efter Afkøling pulveriseres det vandfrie Salt og kommes i en Retort.

Saltet overhældes med en Blanding af Alkohol og Svovlsyre. Mængden af disse Stoffer beregnes af Ligningen, og der tilsættes 10 % mere end beregnet. Retorten forsynes med et Termometer og forbindes med et Svalerør. Naar Væskeblandingen har gennemtrængt det tørre Pulver, opvarmes Retorten paa Sandbad. Ved 82-88° afbrydes Destillationen. Destillatet rystes i en Skilletragt med en Sjettedel af sit Rumfang af en mættet Natriumkloridopløsning, og den frie Syre neutraliseres ved draabevis at tilsætte en fortyndet Natriumhydroxydopløsning. Naar Væsken efter Hen-

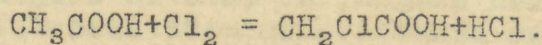
stand i Skilletragten har delt sig i to Lag, fraskilles det underste fuldstændig.

Det øverste Lag, der er Æthylacetat, henstilles i en lukket Flaske med noget vandfrit Kalciumklorid (helst i 24 Timer) og omrystes jævnlig. Kalciumkloridet filtreres fra, og Æthylacetatet rektificeres.

Kp.77°. Vf.0,905 ved 17°.

MONOKLOREDDIKESYRE. . .

CH₂ClCOOH. M=94,5.



Fremstilles af Iseddike.

200 grm. Iseddike og 16 grm. rødt, amorft Fosfor kommes i en Kolbe paa $\frac{1}{2}$ Liter. Kolben opvarmes paa et Sandbad, saaledes at Indholdet koger svagt, og Kolben lukkes med en Prop, hvori er anbragt et Allihns Svalerør og et Tilledningsrør, der naar til Bunden af Kolben. Til Blandingen ledes tør Klor. (Om Fremstillingen se: Uorgan. Præp.). Den dannede Klorbrinte og Overskudet af Klor ledes gennem Svalerøret til Sugepumpen. Klortilføringen fortsættes i 12-14 Timer eller saa længe, til en Prøve i et Reagensglas stivner ved at stilles i koldt Vand. Derpaa holdes Kolbens Indhold over i en Fraktionskolbe, der forbindes med et Glasrør, 2-3 cm vidt og temmelig langt. Fraktionskolben opvarmes paa Oliebad, og den Del af Destillatet, der gaar over mellem 150 og 190°, opsamles i et Bøgerglas. For at faa det til at krystallisere stilles Bøgerglasset i iskoldt Vand, og dets Sider skræbes med en Glasspatel. Den flydende Del suges fra og underkastes en Destillation. Man opsamler nu mellem 170 og 190°, og denne Fraktion bringes paa samme Maade til at krystallisere. Vædsken suges fra, og Krystallerne blandes med de andre fra første Destillation. Den samlede Krystalmasse smeltes, bringes i en Fraktionskolbe og destilleres. Fraktionen, der gaar over mellem 184 og 188°, opsamles i et tareret Glas, der lukkes med en tætsluttende Prop.

Kp.186°. Smp.63°.

TRIKLOREDDIKESYRE.

CCl₃COOH. M=163,5.



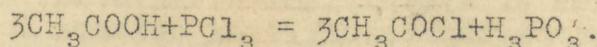
Fremstilles af Kloralhydrat.

100 grm. Kloralhydrat smeltes i en Kolbe paa Sandbad ved svag Opvarmning, derpaa tilsættes 40 grm. rygende Salpetersyre. Naar Reaktionen begynder, fjernes Gasblusset, og naar den aftager, opvarmes atter - i Begyndelsen svagt - indtil der ikke udvikles røde Dampe. Reaktionsproduktet holdes i en Fraktions-

kolbe, der opvarmes i Oliebad og forbindes med et 2-3 cm³ vidt og temmelig langt Glasrør. Fraktionen, der gaar over fra 190 til 196°, opsamles i et tareret Glas, der lukkes med en tæt-sluttende Prop.

Kp. 195°. Smp. 55°.

ACETYLKLORID.
CH₃COCl. M=78,5.



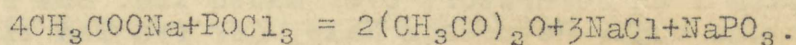
Fremstilles af Eddikesyre.

I Halsen paa en Fraktionskolbe, der indeholder 100 grm. Eddikesyre, anbringes en Skilletragt med 80 grm. Fosfortriklorid. Fraktionskolben forbindes med et Svalerør, der atter forbindes lufttæt med Forlaget, der er en Fraktionskolbe. Denne staar ved et U-formet Rør med vandfrit Kalciumpulver i Forbindelse med Sugepumpen. Den først omtalte Fraktionskolbe stilles under Tildrypningen i en Skaal med koldt Vand. Naar alt er tildryppet, opvarmes Skaalen - i Begyndelsen svagt - til der ikke destillerer mere over.

Forlaget stilles nu paa Fraktionskolbens Plads, og Indholdet fraktioneres. Man opsamler i et tørt Forlag den Del, der gaar over fra 50-56°. (Fig. 7).

Kp. 55°.

EDDIKESYREANHYDRID.
(CH₃CO)₂O. M=102.



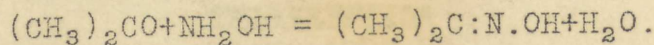
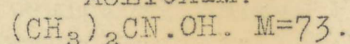
Fremstilles af Natriumacetat.

I en Kolbe paa en Kvart Liter kommes 125 grm. afvandet Natriumacetat. (Om Afvandingen se under Æthylacetat). Kolben anbringes paa et kogende Vandbad og lukkes med en Prop med et Allihns Svalerør, der atter lufttæt forbindes med et lige Rør med vandfrit Kalciumpulver. Gennem Svalerøret hældes hurtig 50 grm. Fosforilteklorid, og Blandingen i Kolben opvarmes nogen Tid paa Vandbadet. Svalerøret ombyttes nu med et knæbøjlet Rør, der forbindes med et Liebigs Svalerør, som atter forbindes lufttæt med et Forlag. Fra dette fører et U-formet Rør med Kalciumpulver til Sugepumpen. Kolben opvarmes langsomt paa et Oliebad eller Sandbad, til alt flygtigt er gaaet over. Forlagets Indhold hældes over i en Fraktionskolbe og tilsættes 3 grm. afvandet Natriumacetat. Fraktionskolben anbringes paa Kolbens Plads i Forbindelse med et Liebigs Svalerør, og der foretages en Destillation. Fraktionen fra 130 til 142° opsamles og rektificeres paany. (Fig. 7). Kp. 137°.

Eddikesyreanhydrid kan ogsaa fremstilles paa ganske samme

Maade med 70 grm. pulveriseret, vandfrit Natriumacetat og 50 grm. Acetylklorid som Udgangsprodukter.

ACETOXIM.

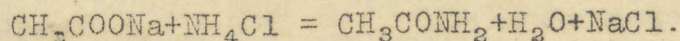
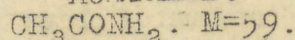


Fremstilles af Hydroxylammoniumklorid.

10 grm. Hydroxylammoniumklorid opløses i 20 grm. Vand, tilsættes derefter først en Opløsning af 6 grm. Natriumhydroxyd i lidt Vand og saa 12 grm. Acetone. Vædsken hældes i en Skilletragt og henstilles i denne i 3-4 Timer under hyppig Omrystning. Derpaa rystes med 100 cm³ Æther, som omhyggelig fraskilles igen. Efter endnu 2 Gange at være rystet med Æther - hver Gang med 50 cm³ - bortkastes Vædsken. Acetoximet, der findes i det samlede ætheriske Udtræk, vindes deraf ved Krystallisation i store, farveløse Krystaller.

Smp. 60°.

ACETAMID.

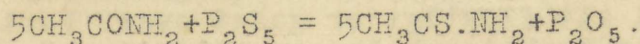
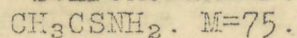


Fremstilles af vandfrit Natriumacetat.

Pulveriseret, vandfrit Natriumacetat (se Æthylacetat) og Ammoniumklorid blandes i det Forhold, Ligningen angiver. Blandingen ophedes i en Jernretort over aaben Ild. Som Forlag stilles et Bægerglas under Retortens Hals, der fra Tid til anden bestryges med en Gasflamme. Naar der ikke destillerer mere over, hældes Destillatet i en Retort, der forsynes med et Termometer og et $\frac{1}{2}$ Meter langt Glasrør, der kan gaa over Retorthalsen. Den Del af Destillatet, der gaar over fra 180-225°, opsamles og rektificeres. Ved Rektifikationen opsamles, hvad der destillerer mellem 215 og 223°. Acetamidet kan omkrystalliseres af Æther.

Smp. 82°. Kp. 222°.

SULFOACETAMID.



Fremstilles af Acetamid.

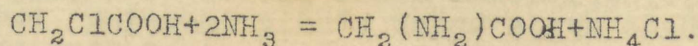
60 grm. Acetamid, 45 grm. Fosforpentasulfid og 200 grm. Benzol opvarmes i en Kolbe med Allihns Svalerør i 10-15 Minutter paa et kogende Vandbad, hvorpaa der filtreres fra det uopløste. Halvdelen af Benzolet destilleres af Filtratet i en Retort, der er forbunden med et Svalerør. Resten hældes i en Skaal, der hen-

stilles ved et Trækul til Krystallisation. Krystallerne bredes ud paa Filtrerpapir til Tørring.

Smp. 108°.

GLYCIN (Aminoeddikesyre).

$\text{CH}_2(\text{NH}_2)\text{COOH}$. M=75.



Fremstilles af Monokloreddikesyre.

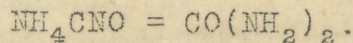
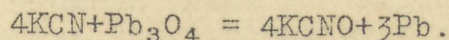
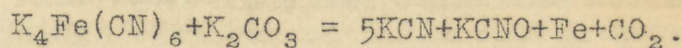
550 grm. Ammoniakvand af 26,5 % tilsættes en Opløsning af 47,2 grm. Monokloreddikesyre i 50 grm Vand. Tilsætningen sker draabevis fra en Skilletragt under stadig Omrøring med et Røreapparat, der drives af en Turbine. Naar alt er tilsat, henstaar Vædsken i 24 Timer, og al den frie Ammoniak bortdampes paa Vandbad. Opløsningen koges derpaa i 15-20 Minutter i en Kolbe med frisk fældet Kuprihydroxyd, som fremstilles ved at hælde en kogende Opløsning af 70 grm. Kuprisulfat i en kogende, fortyndet Opløsning af Natriumhydroxyd, hvoraf der anvendes et lille Overskud, og udvadske ved Dekantation. Efter Filtrering inddampes den mørkeblaa Opløsning til Tørhed paa Vandbad. Inddampningsresten opløses i 95 cm³ Vand og tilsættes 95 cm³ absolut Alkohol, hvorved fældes Kobbersaltet af Aminoeddikesyren. Efter 24 Timers Henstand bringes Bundfaldet paa Filter og udvadskes først med 100 cm³ Æthylalkohol paa 60 %, derpaa med 100 cm³ paa 80 % og tilsidst med saa meget Æthylalkohol paa 90 %, at den fraløbne Vædske er farveløs (ikke blaa). Kobbersaltet $(\text{CH}_2\text{NH}_2\text{COO})_2\text{Cu}, \text{H}_2\text{O}$, opløses og fældes med Svovlbrinte. For at faa Kuprisulfidet til bedre at samle sig kan der først tilsættes lidt frisk fældet Aluminiumhydroxyd og opvarmes nogle Minutter til Kogning.

Kuprisulfidet filtreres fra, udvadskes med varmt Vand, til Filtratet ikke eller kun svagt farves blaat ved Kogning med Kuprioxyd.

Det samlede Filtrat inddampes til Krystallisation først over aaben Ild, derpaa paa Vandbad. Krystallerne tørres ved svag Varme.

URINSTOF.

$\text{CO}(\text{NH}_2)_2$. M=60.



Fremstilles af Kaliumferrocyanid.

Kaliumferrocyanid afvandes fuldstændig, som omtalt under Kaliumthiocyanat, og blandes omhyggelig med den beregnede Mængde Kaliumkarbonat, der først er glødet. Blandingen kommes lidt efter lidt i en svagt glødende Jerndigel og omrøres af og til med en Jernspatel under fortsat Opvarmning, som ikke maa være for stærk, indtil Massen er bleven tyndflydende, og en Draabe paa en kold Jernpande stivner til en hvid Masse.

Til den tyndflydende Masse sættes nu i smaa Portioner den beregnede Mængde Mønje under stadig Omrøring. Det hele holdes smeltet i 10 Minutter. Diglen tages ud af Glødekapellet, og efter kort Tids Henstand, for at Blyet kan sætte sig til Bunds, hældes Indholdet ud paa en kold Jernplade. Massen skilles efter Afkøling mekanisk fra Blyet, pulveriseres og digereres derpaa $\frac{1}{2}$ Time paa Vandbad med en Opløsning af Ammoniumsulfat. Der tages 1,125 Dele Ammoniumsulfat for hver Del Kaliumferrocyanid. *10*
Blandingen filtreres derpaa, og Remanensen udvadskes 2 Gange med en ringe Mængde varmt Vand. Filtratet deles i flere Skaale og inddampes til Tørhed paa Vandbad under stadig Omrøring. Inddampningsresten udkoges 2 Gange med 2 Gange sin Vægt Æthylalkohol i en Kolbe med Allihns Svalerør. Urinstoffet, der udkrystalliserer af Filtratet, henlægges udbredt paa Filtrerpapir, til det er tørt. Af Moderluden kan vindes flere Krystaller ved at afdestillere Halvdelen af Æthylalkoholen. Urinstof kan danne overmættede Opløsninger i Vinaand, hvorfor man bør tilsætte en Krystal. Betingelsen for et godt Udbytte er, at Kaliumferrocyanidet og Kaliumkarbonatet ikke indeholder Vand. Man bør derfor prøve Stofferne ved at ophede lidt deraf i Gløderør. Det er ogsaa af Vigtighed, at Inddampningen foregaar saa hurtig som mulig.

Man kan ogsaa først fremstille Kaliumcyanat ved at udkoge den pulveriserede Masse i 10 Minutter med en Blanding af Æthyl- og Methylalkohol. Til 200 grm. afvandet Kaliumferrocyanid anvendes 900 cm³ Æthylalkohol (80 %) og 100 cm³ Methylalkohol. Af den i Varmtvandstragt filtrerede Opløsning udkrystalliserer Kaliumcyanat. Af Moderluden kan fremstilles Urinstof ved at ryste den med en Opløsning af 70 grm. Ammoniumsulfat i 100 cm³ kogende Vand. Efter Filtrering fra udskilt Kaliumsulfat afdestilleres Alkohol, Resten inddampes til Tørhed, og Urinstoffet udtrækkes med Æthylalkohol af Inddampningsresten. Af det udkrystalliserede Kaliumcyanat vindes Urinstof ved at opløse det i Vand, tilsætte den ækvivalente Mængde Ammoniumsulfat og inddampe til Tørhed saa hurtig som mulig i flere Skaale under stadig Omrøring. Inddampningsresten udtrækkes som angivet ovenfor med Æthylalkohol paa 96 %.

AMMONIUMOXALAT.

(COONH₄)₂·H₂O. M=142.

Fremstilles af Stivelse.

50g.

Stivelse udrøres med koldt Vand i en Kolbe og tilsættes derpaa 9 Gange saa meget koncentreret Salpetersyre. Kolben hen-

stilles paa en Kolbering i Nærheden af Trækhullet, men dersom Reaktionen ikke indtræder i Løbet af et Kvarter, opvarmes Kolben paa Sandbad og stilles straks hen paa Ringen igen, saa snart der begynder at vise sig rødbrune Damp. Naar Virkningen er forbi, hældes Kolbens Indhold i en Skaal og inddampes stærkt til Krystallisation. Krystallerne, der udskilles, er Oxalsyre, medens de andre Iltningsprodukter af Stivelsen bliver i Opløsning. Moderluden fjernes fra Krystallerne ved Sugning, hvorefter de vadskes med en ringe Mængde Vand og opløses i lige Vægtdele kogende Vand.

Til Opløsningen sættes saa meget Ammoniakvand, at man efter Omrøring tydelig kan lugte Ammoniakken, den henstilles derpaa til Krystallisation. Krystallerne bringes paa en Sugetragt, vadskes et Par Gange med lidt Vand og omkrystalliseres af den mindst mulige Mængde kogende Vand. Tørres ved svag Varme.

METHYLOXALAT.
 $(\text{COOCH}_3)_2$. M=118.



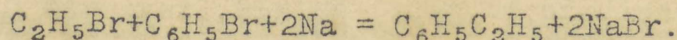
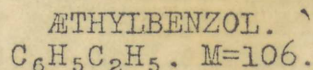
Oxalsyre opvarmes i en Skaal paa Vandbad under stadig Omrøring eller udbredes i tynde Lag paa Papir og tørres i Tørreskab ved 100° , indtil den har tabt 28 % i Vægt. Syren opløses i en Tiendedel mere end den ækvivalente Mængde Methylalkohol ved Kogning i en Kolbe med omvendt Svalerør i længere Tid. Efter Afkøling suges Krystallerne fra, vadskes med en ringe Mængde koldt Vand og bredes ud paa Filtrerpapir til Tørring ved almindelig Temperatur. Rektificeres ved Destillation.

Smp. 54° . Kp. 163° .

ÆTHYLOXALAT.
 $(\text{COOC}_2\text{H}_5)_2$. M=146.

100 grm afvandet Oxalsyre og 67 grm. absolut Alkohol kommes i en lille Kolbe, der stilles i et Oliebad og lukkes med en 3 Gange gennemboret Prop; hvori der er anbragt et Termometer, et Afledningsrør, der gaar til et Liebig's Svalerør, og et Tilledningsrør, der naar til Bunden af Kolben og staar i Forbindelse med Afledningsrøret paa en lille Kolbe, hvori der er 67 grm. absolut Alkohol. I denne Kolbe er tillige indsat et Sikkerhedsrør. Termometret maa naa ned i Blandingen af Oxalsyre og Æthylalkohol, og naar Temperaturen har naaet 100° , sendes Dampene af Æthylalkoholen i en lille Kolbe ned i Blandingen. Under denne Tilledning maa Temperaturen stige til $125-130^\circ$. Naar der ikke er mere Æthylalkohol i Kolben, fjernes denne, hvorefter man underkaster Blandingen i Oliebadet en langsom Destillation. Der

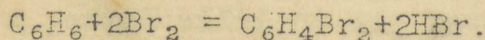
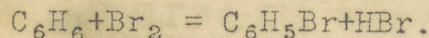
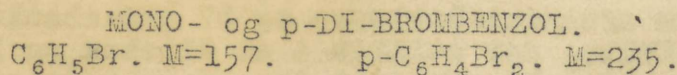
Del af Destillatet, der gaar over efter 170° , samles for sig og rektificeres gentagne Gange, til man faar Æthyloxalatet, der koger ved 186° . Den Fraktion, der gaar over før 170° , kan give Oxamid ved Tilsætning af Ammoniakvand. Oxamidet, der udskiller sig krystallinsk, filtreres fra og tørres.



Fremstilles af Æthylbromid og Monobrombenzol.

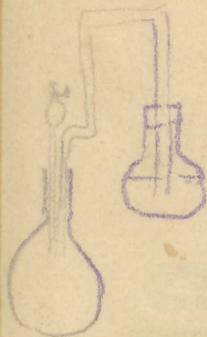
100 grm.vandfri Æther (almindelig Æther rystes i en Kolbe med vandfrit Kalciumklorid og henstilles i 12-24 Timer, hvorefter Ætheren afdestilleres) kommes i en Kolbe paa $\frac{1}{2}$ Liter og tilsættes 27 grm.Natrium, der er skaaret i tynde Strimler. Kolben forbindes med et Liebigs Svalerør og anbringes saaledes, at den let kan omgives med koldt Vand. Natrium reagerer først med Æthylalkoholen, der kan findes i Ætheren, og først naar denne Reaktion er forbi, tilsættes 50 grm.Æthylbromid og 50 grm.Monobrombenzol. Bliver Reaktionen for kraftig, anbringes Kolben i koldt Vand, og Reaktionen standser. Den overdestillerede Æther hældes tilbage i Kolben, som tages op af Vandet, hvorved Reaktionen atter begynder. Saaledes fortsættes, indtil Natriumet er omdannet til et blaaligt Pulver. Ætheren destilleres derpaa af paa Vandbad og Resten paa Oliebad. I Kolben bliver der en Rest tilbage af Natriumbromid og uomdannet Natrium. Denne Rest maa behandles med stor Forsigtighed. Man kan f.Øks.paa et passende Sted knuse Kolben ved i nogen Afstand at kaste den mod en dertil egnet Ting og derpaa ligeledes i stor Afstand oversprøjte Indholdet med Vand. Destillatet, der er gaaet over paa Oliebadet, destilleres derpaa i en Fraktionskolbe. Fraktionen mellem 120 og 145° rektificeres endnu en Gang, og hvad der gaar over mellem 133 og 137° er Æthylbenzol.

Kp. 136° . Vf.O, see.



Fremstilles af Benzol.

100 grm.Benzol kommes i en Kolbe paa 500 cm^3 . I Proppen er anbragt et Glasrør og en Skilletragt, der indeholder henholdsvis 70 eller 140 cm^3 Brom, eftersom man skal fremstille Mono- eller p-Dibrombenzol. Glasrøret maa selvfølgelig ud for Skilletragtens Beholder være bøjet saaledes, at det kan passere forbi



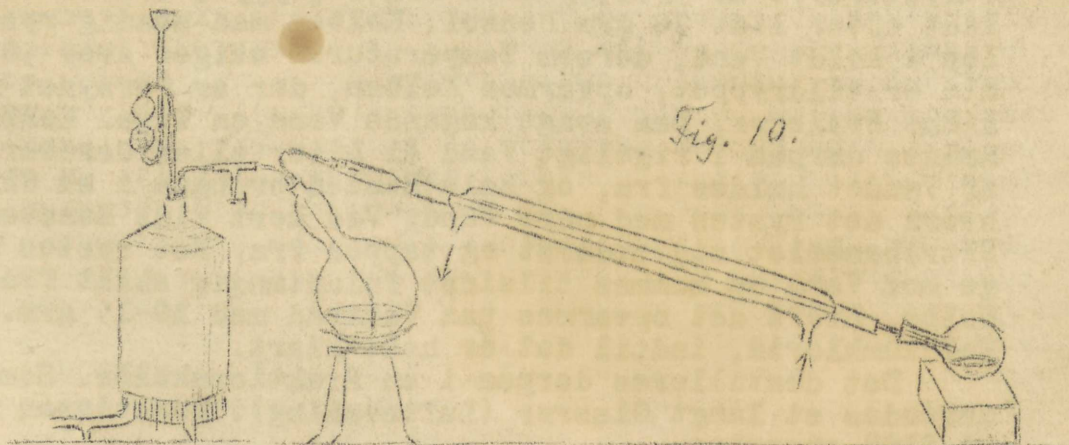
denne og derpaa lodret til en Højde af $\frac{3}{4}$ Meter over Proppen. I denne Højde bøjes det vandret, derpaa i 10 cm's Afstand lodret nedad og ender i en Flaske over Vand. For at fremskynde Reaktionen tilsættes nogle Stykker Jerntraad eller Søm, og dersom den bliver for kraftig, anbringes Kolben i koldt Vand; men dersom den ikke vil indtræde, opvarmer man svagt paa Vandbad. Naar alt Bromet er tildryppet, opvarmes en halv Times Tid paa Vandbad.

Brombrinten, der optages af Vandet, kan anvendes til Fremstilling af Ammoniumbromid, der saaledes faas som Biprodukt.

1. Monobrombenzol.

Reaktionsproduktet rystes med fortyndet Natriumhydroxydopløsning i en Skilletragt, hvori det farveløse Monobrombenzol vil danne det nederste Lag, som derpaa vadskes flere Gange ved Rystning med Vand ligeledes i Skilletragten. Monobrombenzolet afdestilleres derpaa med Vanddamp (Fig.10), indtil der viser sig Krystaller i Svalerøret. (Det efterfølgende Destillat, som kan opsamles for sig uden Svaling, er p-Dibrombenzol). I det overgaaede Destillat fraskilles Monobrombenzolet med en Skilletragt, tørres ved at rystes med vandfrit Kalciumklorid i en Flaske, filtreres derpaa efter længere Tids Henstand fra og underkastes en Destillation. Den Del, der gaar over fra $145-170^{\circ}$, opsamles for sig og fraktioneres atter. Man opsamler nu Fraktionen mellem 150 og 157° .

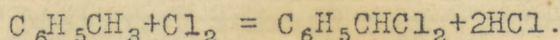
Kp. 155° . Vf. 1,50.



2. p-Dibrombenzol.

Reaktionsproduktet hældes i en Retort og destilleres uden Svalerør. Den største Del af Destillatet stivner ved Afkøling i koldt Vand og skilles fra det flydende paa et Sugefilter. Det smeltes atter og destilleres. Fraktionen, der gaar over mellem 215 og 220° , opsamles og omkrystalliseres efter Afkøling af 2-3 Gange saa meget kogende Athylalkohol.

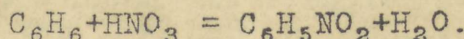
BENZALKLORID.
 $C_6H_5CHCl_2$. M=161.



Fremstilles af Toluol.

100 grm. Toluol koges i en tareret Kolbe paa 300 cm³ paa Sandbad. Kolben lukkes med en dobbeltgennemboret Prop, hvori der er anbragt et Allihns Svalerør, der forbindes med Sugepumpen, og et Tilledningsrør, der staar i Forbindelse med et Apparat til Udvikling af tør Klor (se under Uorgan.Præp.). Klor-tilledningen fortsættes under Kogningen saa længe, til Kolbens Indhold har taget 75-78 grm. til i Vægt. Det hældes nu i en Fraktionskolbe og destilleres paa Sand- eller Oliebad. Fraktionnen, der gaar over fra 186-216⁰, opsamles og rektificeres. Den Del, der nu gaar over fra 200 til 210⁰, opsamles.
Kp. 206⁰. Vf. 1,24.

NITROBENZOL.
 $C_6H_5NO_2$. M=123.



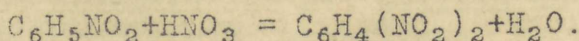
Fremstilles af Benzol.

Til en kold Blanding af 180 grm. konc. Svovlsyre og 110 grm. Salpetersyre af Vf. 1,40 i en Kolbe dryppes fra en Skilletragt lidt efter lidt 78 grm. Benzol. Kolben maa stadig rystes og stilles i koldt Vand, dersom Temperaturen stiger over 50-60⁰. Naar alt er tildryppet, opvarmes Kolben, der er forsynet med et Allihns Svalerør, paa svagt kogende Vand en Time. Kolbens Indhold hældes derpaa i rigeligt Vand (1 Liter eller derover). En Del af Vandet hældes fra, og hele Resten bringes i en Skilletragt, hvori det rystes med mere Vand. Ved kort Tids Henstand samler Nitrobenzolet sig nederst og tappes fra. Det rystes flere Gange med Vand og kommer tilsidst fuldstændig skilt fra dette i en Kolbe, hvori det opvarmes paa Vandbad med 10-15 grm. vandfrit Kalciumklorid, indtil det er helt klart.

Det destilleres derpaa i en Fraktionskolbe. Som Svalerør anvendes et langt Glasrør (Luftsvaling). Fraktionen mellem 200 og 210⁰ opsamles.

Kp. 208⁰. Vf. 1,20. Smp. 6⁰.

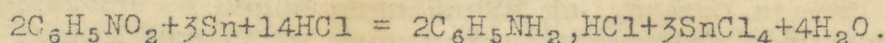
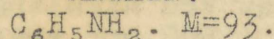
m-DINITROBENZOL.
m- $C_6H_4(NO_2)_2$. M=168.



Til en Blanding af 25 grm. konc. Svovlsyre og 15 grm. rygende Salpetersyre af Vf. 1,48 i en lille Kolbe sættes lidt efter lidt

10 grm. Nitrobenzol, hvorpaa der opvarmes en halv Time paa Vandbad. Efter Afkøling hældes Blandingen i en tynd Straale i 1 Liter Vand. m-Dinitrobenzolet samles paa en Büchners Tragt, udvadskes med koldt Vand ved Sugning og opløses i 80-90 grm. kogende Æthylalkohol. Opløsningen henstilles til Krystallisation.
Smp. 90°.

ANILIN.

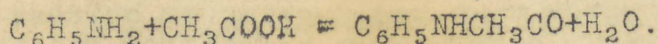
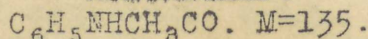


Fremstilles af Nitrobenzol.

I en 2 Liters Kolbe, der er forsynet med et Allihns Svale-
rør kommes 100 grm. Nitrobenzol og 180 grm. båndlet Tin, der er
klippet i smaa Stykker. Gennem Svalerøret tilsættes 500 grm.
Saltsyre (33 % HCl) i Portioner paa 20-30 cm³. Dersom der ikke
viser sig Brintudvikling, efter at der er tilsat 2 Portioner
Saltsyre, opvarmes Kolben paa Vandbad, som straks fjernes og
erstattes af en tom Skaal, saa snart Udviklingen begynder. Skul-
de Udviklingen blive for kraftig, ledes Svale vandet over Kolben,
saaledes at det løber ned i Skaalen. Reaktionen maa ledes saa-
ledes, at den foregaar jævnt og roligt. Naar hele Syremængden
er tilsat, opvarmes Kolben en halv Time paa Vandbad, hvorpaa
den varme Vædske fortyndes med 300 cm³ Vand. Opløsningen hældes
fra uopløst Tin over i en 2 Liters Kolbe og gøres alkalisk med
Sæbesyderlud, der er en koncentreret Opløsning af Natriumhydroxyd.
Anilinet afdestilleres derpaa med Vanddamp. Kolben med dens Ind-
hold anbringes paa Sandbad og forsynes med et bøjet Tillednings-
rør og et Afledningsrør, der forbindes med et Liebigs Svalerør.
Tilledningsrøret forbindes med den ene Gren paa et T-rør, hvis
anden Gren lukkes med en Kautschukslange og Klemhane, medens den
tredie Gren forbindes med Afledningsrøret paa Blikdunk med Vand-
standsør (Fig. 10). Vandet i Blikdunken bringes i Kog, og Dam-
pene drives over i Kolben, hvorfra de river Anilinet med sig
over i Forlaget. Naar Destillatet udgør 500 cm³, er det meste
af Anilinet overgaaet, hvorfor Destillationen afbrydes. Anili-
net, der har samlet sig paa Bunden af Forlaget, skilles fra med
Skilletragt. I Resten af Destillatet opløses 100 grm. Natrium-
klorid, og man kan derpaa udryste den deri opløste Anilin med
Æther. Det ætheriske Lag skilles fra i Skilletragten og blandes
med det første Anilin. Hele Blandingen afvandes ved Rystning og
Henstand med nylig udglødet Kaliumkarbonat. Den klare Vædske
hældes i en Retort, i hvis Tubus er anbragt et Termometer. Æthe-
ren afdestilleres, og naar Temperaturen har naaet 120°, kan Sva-
lerøret erstattes af et Glasrør, der er c. 1 Meter. Det Destil-
lat, der gaar over mellem 180 og 188°, opsamles.

Kp. 184°. Vf. 1,03.

ACETANILID.



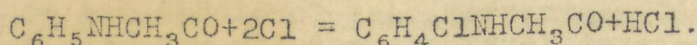
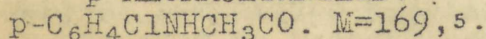
Fremstilles af Anilin.

20 grm. Anilin og 30 grm. Iseddike koges i en lille Kolbe med Allihns Svalerør paa et Sandbad i 3-4 Timer, indtil en Prøve stivner krystallinsk ved Afkøling. Reaktionsproduktet holdes i en tynd Straale i 500 cm³ kogende Vand. Der tilsættes en ringe Mængde Dyrkul, og Blandingen koges et Par Minutter og filtreres i en Varmtvandstragt gennem et fugtet Foldefilter. Det udkrystalliserede Acetanilid filtreres fra ved Sugning og vaskes med koldt Vand ligeledes for Sugepumpen. Dersom det ikke er ganske hvidt, omkrystalliseres det endnu en Gang af kogende Vand med Tilsætning af Dyrkul. Det bredes ud paa Filtrerpapir og tørres paa et varmt Sted.

Smp. 115°.

Præparatets Renhed prøves ved en Smeltepunktsbestemmelse, der udføres paa følgende Maade: En lille Erlenmeyers Kolbe fyldes 3/4 med koncentreret Svovlsyre og lukkes med en gennemboret Prop, i hvis Side er skaaret en Rille, saaledes at Luften uhindret kan passere ud og ind i Kolben. I Gennemboringen er indsat et Termometer, der naar ned i Svovlsyren. Udfør Kvægsølvbeholderen anbringes et Kapillarrør, der indeholder det Stof, hvis Smeltepunkt skal søges. Man aflæser baade Temperaturen, naar Stoffet smelter, og naar det stivner.

p-KLORACETANILID.

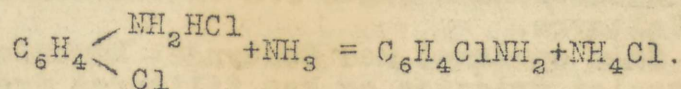
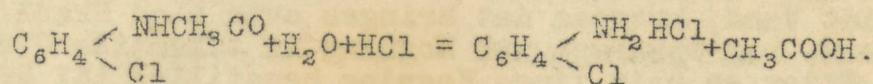


Fremstilles af Acetanilid.

200 grm. Klorkalk udrystes i en Kolbe med 400 grm. lunkent Vand. Opløsningen filtreres. I Filtratet bestemmes Klormængden ved til 1 cm³ af dette at sætte lidt Kaliumjodid og fortyndet Saltsyre, hvorpaa det udskilte Jod titreres med Natriumthiosulfat. Naar man derpaa har beregnet, hvor meget Klor der er i Opløsningen, kan den ækvivalente Mængde Acetanilid beregnes af ovenstaaende Ligning. Acetanilidet opløses i 2 Gange saa meget Iseddike, hvorpaa der tilsættes 2 Gange Acetanilidets Vægt Æthylalkohol. Naar alt er gaaet i Opløsning paa Vandbad, tilsættes 20 Gange Acetanilidets Vægt lunkent Vand.

Til den saaledes fremstillede Opløsning sættes Klorkalkopløsningen under Omrystning lidt efter lidt. Efter fuldstændig Afkøling suges det lyserøde Bundfald fra, opløses i Æthylalkohol og fældes ved at tilsætte et ligesaa stort Rumfang Vand, som der er anvendt Æthylalkohol. Bundfaldet opløses og fældes igen paa samme Maade, indtil det er farveløst. Tørres paa Vandbad. Smp. 173°.

p-KLORANILIN.
 $p\text{-C}_6\text{H}_4\text{ClNH}_2$. $M=127,5$.

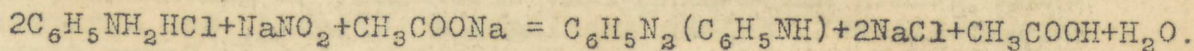


Fremstilles af p-Kloracetanilid.

10 grm. p-Kloracetanilid og 30 cm³ Saltsyre (38-39 % HCl) koges svagt i 10-20 Minutter i en lille Kolbe paa Sandbad. I Kolbens Hals er anbragt et Allihns Svalerør. Efter Afkøling frasuges Saltet paa en Büchners Tragt, opløses i lidt Vand og sønderdeles med Ammoniakvand. Det udfældede p-Kloranilin filtreres fra og omkrystalliseres af Æthylalkohol paa 60 %. Krystallerne bredes ud paa Filtrepapir, dækkes løst af et enkelt Lag og tørres ved almindelig Temperatur.

Smp. 70°.

DIAZOAMIDOBENZOL.
 $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}_2\text{HNC}_6\text{H}_5$. $M=197$.

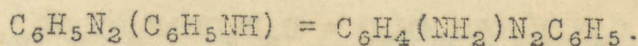
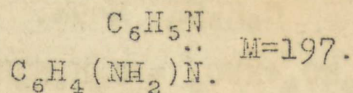


Fremstilles af Anilin.

10 grm. Anilin hældes i 15 grm. konc. Saltsyre under stadig Omrøring. Det dannede Anilinklorhydrat opløses i 300 grm. Vand i en Kolbe paa en Liter. Til denne Opløsning, der er stillet i koldt Vand, sættes en Opløsning af 5,2 grm. Natriumnitrit og 10 grm. Natriumacetat. Blandingen, der af og til rystes, holdes stadig afkølet i koldt Vand. Efter en halv Times Forløb frasuges de udskilte Krystaller, der vadskes med en ringe Mængde Vand. De omkrystalliseres af 2-2½ Gange deres Vægt Æthylalkohol.

Smp. 98°.

AMIDOAZOBENZOL.



Fremstilles af Diazoamidobenzol.

10 grm. fint pulveriseret Diazoamidobenzol og 5 grm. pulveriseret Anilinklorhydrat tilsættes i et lille Bøgerglas 25 grm. Anilin, der lige er destilleret. Blandingen omrøres jævnlige og opvarmes paa et svagt kogende Vandbad en Time. Temperaturen skal

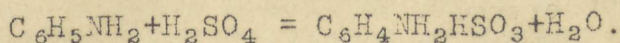
holdes ved 45°. Det hele hældes i 200 cm³ Vand, hvorefter der tilsættes saa meget Eddikesyre, som er tilstrækkelig til at opløse Anilinet. Efter Henstand frasuges Bundfaldet og vadskes med lidt Vand, hvorpaa det bringes over i en Skaal med 200-300 cm³ Vand. Der opvarmes til Kogning og tilsættes Overskud af Saltsyre. Efter en halv Times Kogning henstilles til Afkøling. Det saltsure Amidoazobenzol suges fra og vadskes et Par Gange med fortyndet Saltsyre.

Dette Salt opvarmes med fortyndet Ammoniak, hvorved selve Amidoazobenzolet frigøres og kan filtreres fra. Amidoazobenzolet opløses i varm Æthylalkohol. Til Opløsningen sættes saa meget Vand, at denne begynder at blive uklar. Ved Henstand udkrystalliserer Amidoazobenzolet i smaa Krystaller, der bredes ud paa Filtrerpapir, dækkes løst med et enkelt Lag og tørres ved almindelig Temperatur.

Smp. 128°.

SULFANILSYRE (p-Amidobenzolsulfonsyre).

$p\text{-C}_6\text{H}_4\text{NH}_2\text{HSO}_3, 2\text{H}_2\text{O}$. M=191.



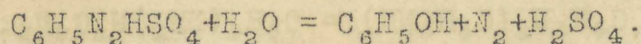
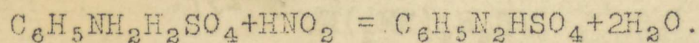
Fremstilles af Anilin.

Til 100 grm. koncentreret Svovlsyre i en tør Kolbe sættes under stadig Omrystning lidt efter lidt 50 grm. Anilin, der lige er destilleret. Kolben anbringes i Oliebad, der opvarmes til 180-190°. Man holder denne Temperatur, til en Prøve fortyndet med Vand holder sig klar ved Tilsætning af en Natriumhydroxydopløsning (hvilket som Regel er Tilfældet efter 3-4 Timer). Naar Blandingen er bleven kold, hældes den i 1/4 Liter koldt Vand under Omrøring, hvorved Sulfanilsyren udskilles. For at rense denne, opløses den i en meget fortyndet Opløsning af Natriumhydroxyd under Kogning. Opløsningen koges med Benkul, og Filtratet fældes med en fortyndet Syre. Er Sulfanilsyren endnu farvet, koges den med Benkul endnu en Gang.

Sulfanilsyrens Natriumsalt krystalliserer let i smukke, veludviklede, farveløse Krystaller.

PHENOL.

$\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$. M=94.



Fremstilles af Anilin.

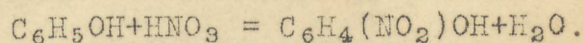
200 grm. Vand tilsættes i et Bøgerglas 100 grm. koncentreret Svovlsyre og derpaa, medens Væsken endnu er varm, under Omrøring 50 grm. Anilin, der er frisk destilleret. Naar Anilinet er

opløst, tilsættes 400 grm. Vand, og Væsken henstilles i koldt Vand til fuldstændig Afkøling. Til den kolde Vædske sættes en Opløsning af 45 grm. Natriumnitrit i 200 cm³ Vand under stadig Omrøring. Den saaledes fremstillede Diazobenzolsulfatopløsning hældes i en Kolbe paa 2 Liter og opvarmes ganske svagt paa Vandbad en Time under jævnlig Omrystning. Udviklingen af Kvalstof skal helst foregaa saa langsomt som muligt, da Væsken ellers let skummer over. Naar Udviklingen er til Ende, afdestilleres Phenolet med strømmende Vanddamp saaledes som beskrevet under Fremstillingen af Anilin (Fig. 10). Det vandige Destillat mættes med Kogsalt, og Phenolet udrystes med Æther. Det ætheriske Lag skilles fuldstændig fra med en Skilletragt og rystes i en lukket Flaske med vandfrit Magniumsulfat. Efter Henstand hældes den klare Ætheropløsning over i en tør Skilletragt, hvis Stilk anbringes i Proppen i Tubus paa en lille Retort. Ætheren afdampes nu fra Retorten i smaa Portioner. Naar al Ætheren er fordampet, haves Phenolet tilbage i Retorten. Skilletragten ombyttes med et Termometer og Svalerøret med et Glasrør, der er c. $\frac{1}{2}$ Meter. Phenolet afdestilleres paa Sandbad. Den Del, der gaar over fra 177° til 187° opsamles.

Kp. 183°. Smp. 42°.

o- og p-NITROPHENOL.

$C_6H_4(NO_2)OH$. M=139.



Fremstilles af Phenol.

50 grm. Phenol sættes langsomt og under Omrystning til 300 grm. Salpetersyre af Vf. 1,10 i en Kolbe paa 1 Liter. Man afkøler samtidig ved at stille Kolben i Isvand. Efter en Times Henstand i koldt Vand under jævnlig Omrystning hældes Syren fra den udskilte, brune Olie, der vadskes nogle Gange med koldt Vand og derpaa destilleres med strømmende Vanddamp saaledes som beskrevet under Fremstillingen af Anilin (Fig. 10). Ved denne Destillation gaar kun o-Nitrophenolet over i Forlaget. Man maa ikke svale for stærkt, og dersom o-Forbindelsen stivner i Svalerøret, lukkes der for Svale vandet, til den er gaaet over i Forlaget. Naar alt er samlet i Forlaget, bringes o-Nitrophenolet paa Sugfilter og vadskes med lidt Vand. Det omkrystalliseres af sin lige Vægt kogende Æthylalkohol og tørres udbredt paa Filtrerpapir. Smp. 45°.

p-Nitrophenol faas af den tjærelignende Del, der bliver tilbage i Destillationskolben ved at udkoge denne med fortyndet Natriumhydroxydopløsning under Tilsætning af Benkul og derpaa filtrere. Den mørktfarvede, alkaliske Opløsning indampes meget stærkt og tilsættes en koncentreret Opløsning af Natriumhydroxyd (1+1). Ved Afkøling udkrystalliserer p-Nitrophenolnatrium som en gul Masse, der suges fra Moderluden, opløses i en ringe Mængde

Vand og udskilles paa samme Maade igen med koncentreret Natriumhydroxyopløsning. Det rene Natriumsalt opløses i Vand og sønderdeles med Saltsyre. p-Nitrophenolet udskilles da som en Olie, der stivner krystallinsk. Det omkrystalliseres af kogende Vand under Tilsætning af nogle Draaber Saltsyre. Tørres paa Filtrerpapir ved svag Varme. Farveløse Krystaller.

Smp. 114°.

PHENETOL. M=122.

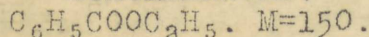


Fremstilles af Phenol.

100 grm. Phenol opløses i 115 grm. Sæbesyderlud (Vf: 1,33) i en Kolbe paa 1 Liter. Til denne Opløsning sættes 164 grm. Kaliumæthylsulfat (eller Kalciumæthylsulfat (Raaproduktet)) opløst i 50 grm. Vand. Kolben forbindes med et Allihns Svalerør, og Blandingen koges 3-4 Timer paa Sandbad. Efter Afkøling udrystes Phenetolet med Æther i 3 Portioner, første Gang med 100 cm³, anden Gang med 100 cm³ og tredje Gang med 50 cm³. De ætheriske Opløsninger skilles hver Gang fuldstændig fra, samles og henstilles i en lukket Flaske med vandfrit Kalciumklorid. Efter Filtration afdestilleres Ætheren, og Phenetolet rektificeres.

Kp. 172°.

ÆTHYLBENZOAT.

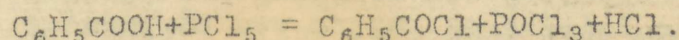


Fremstilles af Benzoesyre.

50 grm. Benzoesyre opløses i 100 grm. Æthylalkohol og tilsættes 20 grm. koncentreret Svovlsyre. Blandingen koges i en Kolbe med Allihns Svalerør i 3-4 Timer paa Sandbad. Der afdestilleres derpaa 50 grm., og Resten hældes i 300 grm. Vand, hvorpaa der tilsættes Natriumkarbonat til svag, alkalisk Reaktion. Den hele Blanding hældes i en Skilletragt, og efter Henstand fraskilles den udskilte Olie fuldstændig. Efter at være vadsket et Par Gange med Vand og derpaa atter fuldstændig skilt fra dette i Skilletragt rystes Olien i en lukket Flaske med vandfrit Kalciumklorid og henstilles dermed, til den er helt afvandet. Kalciumkloridet filtreres fra, og Æthylbenzoat rektificeres.

Kp. 213°.

BENZOYLKLORID.
 C_6H_5COCl . M=140,5.

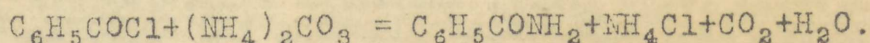


Fremstilles af Benzoesyre.

50 grm. Benzoesyre og 90 grm. Fosforpentaklorid kommes i en Kolbe paa $\frac{1}{2}$ Liter. Kolben rystes og henstilles paa en Kolbering i Stinkskabet nær Trækhullet. Dersom Reaktionen ikke indtræder i Løbet af et Kvarter, opvarmes svagt paa Vandbad. Benzoesyren gaar i Opløsning under livlig Udvikling af Klorbrinte. Naar Massen er bleven flydende, hældes den i en Retort og underkastes en Fraktionering (brudt Destillation). Første Fraktion opsamles fra 120-140°, anden Fraktion fra 140-170° og tredje fra 170-200°. Naar Retorten er afkølet, kommes første Fraktion i Retorten, som opvarmes, til Temperaturen er stegen til 140°, saa fjernes Blusset, Forlaget skiftes (heri haves nu en ny første Fraktion), og anden Fraktion kommes i. Opvarmningen fortsættes nu, og naar Temperaturen er stegen til 170°, fjernes Blusset, Forlaget skiftes (hvori en ny anden Fraktion), og tredje Fraktion kommes i. Naar Temperaturen er stegen til 195°, skiftes Forlaget (ny tredje Fraktion), og hvad der gaar over fra 195-205° opsamles og er Benzoylchlorid. De tre nye Fraktioner underkastes atter en lignende Fraktionering.

Kp. 198°.

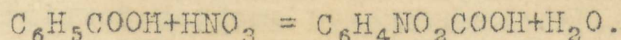
BENZAMID.
 $C_6H_5CONH_2$. M=121.



Fremstilles af Benzoylchlorid.

30 grm. Hjortetaksalt pulveriseres i en Morter og tilsættes 20 grm. Benzoylchlorid. Arbejdet maa foregaa i Stinkskabet ved Trækhullet. Naar Blandingen ikke mere lugter af Benzoylchlorid, udludes med 10-15 grm. koldt Vand for at fjerne Ammoniumchlorid. Vædsken suges fra, og Benzamidet omkrystalliseres af den mindst mulige Mængde kogende Vand.

m-NITROBENZOESYRE.
 $C_6H_4NO_2COOH$. M=167.

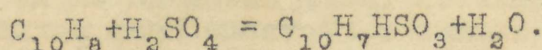


Fremstilles af Benzoesyre.

100 grm. pulveriseret Benzoesyre smeltes og pulveriseres atter efter at være stivnet. Den blandes saa med 200 grm. Kaliumtrat. Blandingen kommes i en Skaal og tilsættes under stadig røring lidt efter lidt 300 grm. koncentreret Svovlsyre. Skaal

opvarmes paa Sandbad, indtil Nitrobenzoesyren har skilt sig ud som et olielignende Lag paa Overfladen af den smeltede Masse, hvorpaa den hensættes til Afkøling. Det gullige Syrelag skilles fra det hvide Saltlag og renses ved at smeltes i en Skaal 2 Gange med lidt Vand, der hældes fra, naar Syren er stivnet. Nitrobenzoesyren opløses nu i 20 Dele kogende Vand og neutraliseres med en varm, koncentreret Opløsning af Baryumhydroxyd (120-130 grm.). Det udskilte Baryumsalt filtreres fra, udvadskes med koldt Vand og koges med en Opløsning af Natriumkarbonat. Det dannede Baryumkarbonat filtreres fra, og Filtratet gøres surt med Saltsyre. Den udfældede m-Nitrobenzoesyre vadskes med koldt Vand og tørres.

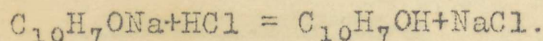
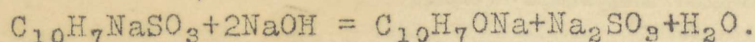
β-NAPHTALINSULFONSURT NATRON.
β-C₁₀H₇NaSO₃. M=215.



Fremstilles af Naphtalin.

60 grm.koncentreret Svovlsyre og 50 grm.pulveriseret Naphtalin rystes godt sammen i en Kolbe og opvarmes paa et Oliebad i 4 Timer ved 170-180°. Naar Opløsningen derefter er afkølet, hældes den i en Liter Vand, og den uomdannede Naphtalin frafiltreres. Filtratet neutraliseres under Kogning med Kalkmælk af 70 grm.læsket Kalk. Det fældede Kalciumsulfat filtreres fra, og Filtratet inddampes, til en Prøve ved Afkøling stivner til en tyk Dejj. Efter Afkøling suges Kalcium-β-naphtalinsulfonatet fra, vadskes en Gang med Vand og koges med en Opløsning af Natriumkarbonat (c.50 grm.), indtil en filtreret Prøve ikke giver Bundfald med Natriumkarbonatopløsning ved Kogning. Det fældede Kalciumkarbonat filtreres fra, og Filtratet inddampes til begyndende Krystallisation. Efter Afkøling frafiltreres Krystallerne, der tørres paa Vandbad.

β-NAPHTOL.
β-C₁₀H₇OH. M=144.



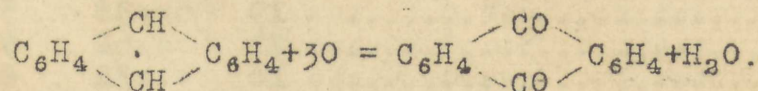
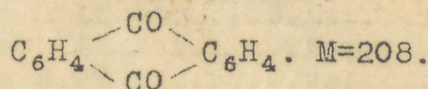
Fremstilles af β-naphtalinsulfonsurt Natron.

100 grm.Natriumhydroxyd smeltes forsigtigt i en Nikkel- eller Kobberdigel med 10 grm.Vand. Man rører rundt med et Termometer, der er anbragt i et Kobberrør, som indeholder saa megen Olie, at Termometerbeholderen er dækket deraf. For at kunne holde paa Kobberrøret, klemmes det fast i en Prop eller en anden daarlig Varmeleder. Temperaturen forøges lidt efter lidt til 280°, saa tilsættes der 25 grm.β-naphtalinsulfonsurt Natron

i smaa Portioner. Under Tilsætningen falder Temperaturen; men der maa ikke tilsættes nogen ny Portion, før Temperaturen atter er 280°. Naar alt er tilsat, forøges Temperaturen til 310-320° og holdes derpaa i c.5 Minutter, hvorefter Blandingen hældes ud paa en kold Kobber- eller Jernpande. Man maa beskytte Øjnene med Brillen og Hænderne med Handsker mod Stænk af Natriumhydroxyd. Den afkølede Masse opløses i varmt Vand og neutraliseres i Varmen med Saltsyre paa 15 %. Efter Afkøling frafiltreres Napholet og vadskes med koldt Vand. Det kan omkrystalliseres af rigeligt, kogende Vand eller, efter at være tørret, destilleres i en lille Retort uden Svalerør.

Kp.286°. Smp.122°.

ANTHRACHINON.



Fremstilles af Anthracen.

10 grm. Anthracen opløses i 120-200 cm³ Iseddike i en Kolbe paa Sandbad. Kolben forbindes med et Allihns Svalerør. Til Opløsningen sættes 17 grm. Kromsyre i smaa Portioner under Kogningen. Kromsyren opløses i 25 grm. Vand, og hertil sættes 30 cm³ Iseddike. Kogningen fortsættes, til den grønne Farve ikke mere tiltager i Styrke. Efter Afkøling hældes Opløsningen i ½ Liter Vand. Anthrachinonet filtreres efter nogen Tids Henstand fra, vadskes først med Vand, derpaa med fortyndet Svovlsyre, saa med Vand, saa med varm 2-3 % Natriumhydroxydopløsning og sluttelig med varmt Vand.

Anthrachinonet omkrystalliseres af kogende Toluol, hvori det er tungt opløseligt. Smukke, gule Naale.

Smp.277°.

Nogle Grundstoffers Atomvægte.

	1	2	3	4	5
Aluminium	27,1	54	81	108	135
Antimon	120,2	240	360	480	600
Arsen	75	150	225	300	375
Baryum	137,4	275	412	550	687
Bly	206,9	414	621	828	1034
Bor	11	22	33	44	55
Brint	1	2	3	4	5
Brom	79,9	160	240	320	400
Fluor	19	38	57	76	95
Fosfor	31	62	93	124	155
Ilt	16	32	48	64	80
Jern	55,9	112	168	224	280
Jod	126,9	254	380	507	634
Kadmium	112,4	225	337	450	562
Kalcium	40,1	80	120	160	200
Kalium	39,1	78	117	157	196
Klor	35,5	71	106	142	177
Kobolt	59	118	177	236	295
Kobber	63,6	127	191	254	318
Krom	52,1	104	156	208	260
Kulstof	12	24	36	48	60
Kvægsølv	200,3	401	601	801	1001
Kvælstof	14	28	42	56	70
Magnium	24,3	49	73	97	122
Mangan	55	110	165	220	275
Natrium	23	46	69	92	115
Silicium	28,4	57	85	114	142
Svovl	32	64	96	128	160
Sølv	107,9	216	324	432	540
Tin	119	238	357	476	595
Vismut	208,5	417	625	834	1042
Zink	65,4	131	196	262	327

Vægtfyldetabel.

(ved 15° i Forhold til Vand ved 15°).

‰	HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄	NH ₃	KOH	NaOH
1	1,006	1,007	1,007	0,996	1,010	1,013
5	1,026	1,030	1,033	0,979	1,042	1,060
10	1,051	1,058	1,070	0,960	1,084	1,116
15	1,076	1,090	1,107	0,942	1,129	1,171
20	1,101	1,121	1,146	0,926	1,178	1,226
25	1,127	1,152	1,185	0,910	1,231	1,280
30	1,152	1,186	1,224	0,895	1,289	1,333
35	1,178	1,219	1,265	0,882	1,350	1,385
40	1,201	1,252	1,308		1,412	1,438
45		1,285	1,353		1,476	1,489
50		1,317	1,400		1,540	1,541
55		1,347	1,449		1,605	1,593
60		1,375	1,502		1,669	1,644
65		1,401	1,559		1,731	1,697
70		1,428	1,616		1,792	1,750
75		1,443	1,675			
80		1,461	1,733			
85		1,479	1,784			
90		1,496	1,821			
95		1,513	1,8405			
100		1,531	1,8400			

Vægtfylder (eller Procenttal), der ikke findes opførte i Tabellen, kan som Regel med Tilnærmelse findes ved Interpolation (el. Ekstrapolation); thi Differencerne mellem Procenttalene er proportionale med Differencerne mellem Vægtfylderne indenfor smaa Intervaller.

Eksempel:

Interpolation:

Saltsyre, der har Vægtfylden 1,190, findes at indeholde: 37,6 % HCl.

$$\frac{40-35}{x-35} = \frac{1,201-1,178}{1,190-1,178}$$

$$x = 37,6.$$

Ekstrapolation:

Salpetersyre, der har Vægtfylden 1,400, indeholder: 64,78 % HNO_3 .

$$\frac{70-65}{65-x} = \frac{1,423-1,401}{1,401-1,400}$$

$$x = 64,78.$$

Ofte angives til teknisk Brug Vædskers Vægtfylde i Bauméske Grader ($^{\circ}$ B), der fremkommer som Inddelinger paa et Aräometer, der har været sænket i en Kogsaltopløsning og i Vand.

Er en Vædskes Vægtfylde angivet at være p° Baumé, findes dens Vægtfylde (V) ved 15° af Formlerne:

1) For Vædsker lettere end Vand

$$V = \frac{146,3}{136,3+p}.$$

2) For Vædsker tungere end Vand

$$V = \frac{146,3}{146,3-p}.$$

Opløselighedstabel.

(Tallene angiver Vægtdele, der er opløselige i 100 Vægtdele Vand.)

Temperatur	0°	15°	50°	100°
Klor	1,4 ⁸	2,5 ⁸	1,1 ⁹	0,1 ⁵
Klorbrinte, HCl	525,2	460		
Brom		3,2		
Brombrinte, HBr	221,2		171,5	130
Ammoniak, NH ₃	87,5	59,7	22,9	
Borsyre, H ₃ BO ₃	1,9 ⁴	3,3 ⁸	9,8	33,3
Natriumklorid, NaCl	35,6	35,7	37	40
Natriumklorat, NaClO ₃	82	95	135	204,1
Natriumbromid, NaBr	77,5	84	108	115
Natriumjodid, NaJ	159	174	232	312
Natriumjodat, NaJO ₃	2,5	7,4	17,7	33,9
Natriumthiosulfat, Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O ..		162	450	
Natriumsulfat, Na ₂ SO ₄ ·10H ₂ O ..	12,1	36	261	211
Natriumnitrat, NaNO ₃	73	84	112	180
Kaliumklorid, KCl	28	33	43	57
Kaliumbromid, KBr	53	62	80	102
Kaliumjodid, KJ	128	139	168	209
Kaliumjodat, KJO ₃	4,7	7,2	16	32,3
Kaliumklorat, KClO ₃	3,3	6	19	60
Kaliumsulfat, K ₂ SO ₄	8,5	10,3	15,8	26,2
Kaliumnitrat, KNO ₃	13,3	26	86	247
Kaliumperklorat, KClO ₄	0,7 ⁰		6,4 ⁵	19,9
Kaliumkromat, K ₂ CrO ₄	59		69	79
Kaliumdikromat, K ₂ Cr ₂ O ₇	5		35	94
Ammoniumklorid, NH ₄ Cl	28,4	35	46,2	72,8 ⁰
Ammoniumsulfat (NH ₄) ₂ SO ₄	71	74	84	97
Ammoniumkarbonat		25	66,6	
Kalciumsulfat, CaSO ₄ ·2H ₂ O	0,2 ⁴	0,2 ⁵	0,2 ⁶	0,2 ²
Kalciumnitrat, Ca(NO ₃) ₂	93			
Kalciumklorid, CaCl ₂ ·6H ₂ O	189	402		∞
Strontiumklorid, SrCl ₂	44,2	51	74,4	102
Baryumklorid, BaCl ₂ ·2H ₂ O		43		77
Baryumnitrat, Ba(NO ₃) ₂	5,2	8	17	32
Baryumhydroxyd, Ba(OH) ₂ ·8H ₂ O		6	32	v. 80° 3875
Blynitrat, Pb(NO ₃) ₂	39	52	85	139
Magniumsulfat, MgSO ₄ ·7H ₂ O	77	108	231	671
Zinksulfat, ZnSO ₄ ·7H ₂ O	115	150	264	654
Kaliumaluminiumsulfat (Alun)	3,9	13	44	357
Ammoniumaluminiumsulfat	5,2	12	36,5	422
Ferrosulfat, FeSO ₄ ·7H ₂ O		70	227	333
Mangansulfat, MnSO ₄ ·5H ₂ O		120		92
Kuprisulfat, CuSO ₄ ·5H ₂ O	31,6	40	65	203
Sølvnitrat, AgNO ₃	122	125	500	940
Kvægsølvklorid, HgCl ₂	5,7	7	11,3	54
Oxalsyre (COOH) ₂ ·2H ₂ O	5,2	11	51	v. 90° 345
Borax	2,8	6,5	30	202
Natriumkarb. Na ₂ CO ₃ ·10H ₂ O	21,3	63,2	v. 38° 1142,2	
Natriumbikarb. NaHCO ₃	7	9	14,5	

For Klor og Klorbrinte angiver Tallene de Rumfang (ved 0° og 760 mm), der opløses i 1 Rumfang Vand.

Rettelser.

Side 1 Lin. 18 f.n. staar: Kaliumpermangat, læs Kaliumpermanganat.

- 26 - 9 f.o. - ammoniakalsk, læs neutral.
- 29 - 1 - - - $(\text{CH}_3\text{COOPb})_2, 3\text{H}_2\text{O}$, læs $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}, 3\text{H}_2\text{O}$.
- 52 - 1 f.n. - opvarmes, læs opsamles.
- 62 - 15 f.o. - Kaliumferricyanid, læs Kaliumferrocyanid.
- 76 - 11 f.n. - 200, læs 200,3.

300 gr. H₂SO₄ af Væff 1,83 fortyndes til Væff 1,42.

$$\frac{300}{1,83} + X = \frac{300+X}{1,42}$$

$$300 \cdot 1,42 + X \cdot 1,83 \cdot 1,42 = 300 \cdot 1,83 + X \cdot 1,83$$

$$X \cdot 1,83 \cdot 1,42 \div X \cdot 1,83 = 300 \cdot 1,83 \div 300 \cdot 1,42$$

$$X \cdot 1,83 (1,42 \div 1) = 300 (1,83 \div 1,42)$$

$$X \cdot 1,83 \cdot 0,42 = 200 \cdot 0,41$$

$$X = \frac{200 \cdot 0,41}{1,83 \cdot 0,42}$$

Rieschke vent.

$$y = \frac{35,46 \cdot 0,9251 \cdot 100}{143,34 \cdot 0,9171} \text{ ‰ Cl.}$$

$$\log y = \log 35,46 + \log 0,9251 + \log 100 \div \log 143,34 \div \log 0,9171$$

$$\log y = 1,54974 + 0,96619 \div 1 + 2 \div 2,15637 \div 0,96222 + 1$$

$$\log y = 1,89714$$

$$y = 24,93 \dots \dots \dots \text{ ‰ Cl.}$$

Sid

Titreringer.

Le titre betyder Møntfoden. De l'argent à bas titre kan vel bedst oversættes ved Sølvlegering med ringe Sølvindhold. Fra denne Oprindelse skriver sig Udtrykkene i Titreranalysen.

Standard (engelsk) betyder nøjagtig det samme. Der synes derfor ikke at være nogen Grund til at foretrække "Standard" og "standardisere" for "Titer" og "titrere".

Betegnelsen "Normalvædske" er derimod et uheldigt Navn paa Opløsninger af en bestemt og veldefineret Stykke.

En Opløsning kaldes normal, naar den i 1 Liter indeholder 1 titrimetrisk Ækvivalent (i Gram). Et titrimetrisk Ækvivalent er enten eet Gramækvivalent af Stoffet eller en bestemt Del af et Gramækvivalent, alt efter Vædskens Anvendelse.

Eks:

1 Liter n-Syre skal indeholde saa megen Syre, som svarer til 1 Gram basisk Brint.

1 Liter 0,1-n Kaliumpermanganat skal indeholde saa meget Kaliumpermanganat, som kan afgive en Tiendedel af 16:2; altsaa 0,8 Gram Ilt. (O = 16).

1 Liter 0,1-n Natriumtiosulfat skal indeholde saa meget Natriumtiosulfat, som kan affarve (d.v.s. omsætte sig med) 0,1 af J; altsaa 12,692 Gram Jod, o.s.v.

Normalvædsker er dog hverken i kemisk eller

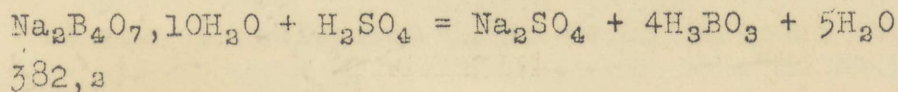
300
183

fysisk Henseende mere "normale" eller "ikke-normale" end andre Opløsninger.

Normal-Syrer.

n-Svovlsyre (om Fremstillingen henvises til: E.Koefoed: Kv.An.Side 8) indstilles til farmaceutisk Brug lettest og dog med fuldstændig tilstrækkelig Nøjagtighed paa Boraks paa den af Koefoed angivne Maade. Her skal kun omtales Beregningen.

$$\begin{array}{r} \text{Urglas + Boraks: } 10,5235 \\ \text{Urglas } \div \text{ Boraks: } \underline{6,3420} \\ \text{Boraks: } 4,1815 \end{array}$$



Da 1 Liter n-Svovlsyre skal indeholde $\frac{1}{2}$ Gram-Mol. Svovlsyre, saa svarer hertil 382,2 : 2 Gram Boraks.

$$\frac{1000}{\frac{382,2}{2}} = \frac{n}{4,1815}$$

$$\log n = \log 2000 + \log 4,1815 \div \log 382,2.$$

$$\log n = 3,30103 + 0,62133 \div 2,58229.$$

$$\log n = 1,34007; \quad n = 21,88 \dots \text{cm}^3.$$

Til 4,1815 Gram Boraks skal der altsaa bruges 21,88 cm³ n-Syre. Til Titreringen med den foreløbig fremstillede Syre brugtes: 19,55 cm³.

Vandmængden findes derfor:

$$x = \frac{1000 \cdot (21,88 - 19,55)}{21,88}$$

$$\log x = 3,36786 - 1,34007 = 2,02729$$

$$x = 106,4 \dots \text{cm}^3 \text{ Vand.}$$

Denne Vandmængde kommes i en tør Maalekolbe paa 1

Liter, og derpaa fyldes op til Mærket med Syreopløsningen. En n-Vædske, der paa 20 cm³ ikke afviger mere end 0,1 cm³ fra det rigtige, vil til almindelig farmaceutisk Brug kunne anvendes, uden at der tages Hensyn til Afvigelsen.

Der foretages et Kontrollforsøg efter Fortyndingen.

Urglas + Boraks:	10,3250
Urglas ÷ Boraks:	<u>6,3425</u>
Boraks :	3,9825

$$\frac{1000}{\frac{382,2}{2}} = \frac{n}{3,9825}$$

Sid

$$\log n = \log 2000 + \log 3,9825 \div \log 382,2$$

$$\log n = 1,31890; \quad n = 20,84 \text{ cm}^3.$$

Der brugtes: 20,90 cm³. Afvigelsen er altsaa 0,06 cm³.

Denne Titrervædske kan altsaa anvendes uden Hensyn til Afvigelsen. Den tilladelige Afvigelse var jo 1 til 200.

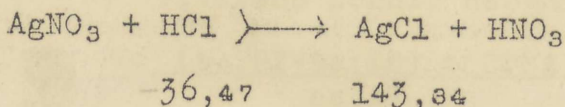
1-n Saltsyre. Af Acid.hydrochlorat. Ph.dan. kan der i en Maalekolbe paa 1 Liter afvejes:

$$\frac{100 \cdot 36,47}{25} = 145,8 \text{ Gram.}$$

Derpaa fortyndes op til Mærket med destilleret Vand.

Til Bestemmelse af Styrken afmaales 25 cm³ af Syren, som derpaa fældes med Overskud af Sølvnitrat.

Digel + AgCl:	9,0818
Digel :	<u>5,4268</u>
AgCl:	3,6550



Da 1 Liter 1-n Saltsyre svarer til 143,84 Gram Sølvklorid, saa svarer 3,655 Gram til:

300
300
183

$$x = \frac{3,655 \cdot 1000}{143,84}$$

$$\log x = 3,56389 + 2,15337 = 1,40658$$

$$x = 25,49 \dots \text{cm}^3.$$

Altsaa 25 cm³ af den fremstillede Syre svarer til 25,49 cm³ n-Saltsyre.

Man kan nu ved Fortynding paany forsøge paa at komme indenfor den omtalte Grænse for den tilladelige Afvigelse (0,1 cm³ over og under 20 cm³), dersom Opgaven er den at fremstille en Normalvædske, der - saa nær som muligt - er normal.

En saadan Opgave vil jo ofte kunne blive forelagt en Farmaceut.

Skal Vædsken ikke være normal, bør man ikke spille Tiden med saadanne Forsøg, men bruge den, som den er, og saa tage Afvigelsen med i Beregningen. En absolut "normal" Vædske kan jo ifølge Sagens Natur ikke fremstilles.

Blandt de Maader, hvorpaa Titrervædskenes Styrke kan føres i Regning, skal her omtales 3: Regning med ¹) Faktor, med ²) Titer og med ³) Ækvi-valentrumfang.

Regning med Faktor.

Den ovennævnte Saltsyre faar Faktoren:

$$\frac{25,49}{25} = 1,0196$$

Det vil altsaa sige, at 1 cm³ af denne Saltsyre svarer til 1,0196 cm³ 1-n Saltsyre.

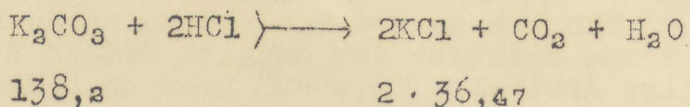
Faktoren er altsaa det Antal cm³ Normalvædske, der svarer til 1 cm³ af den brugte Titrervædske.

Man skal altsaa multiplisere det forbrugte Antal cm³ Titrervædske med "Faktoren" for at faa det dertil svarende Antal cm³ Normalvædske. Man kan ogsaa sige, at Saltsyren i Stedet for at være 1-n er 1,0196-n.

Som Eksempel paa Anvendelsen tages Analysen af Solutio Carbonatis kalici (Ph.dan.).

10 Gram af Opløsningen afvejes og fortyndes med Vand (c.40 cm³) i en Erlenmeyersk Kolbe paa 250 cm³, hvori der tildryppes en Draabe Metylorangeopløsning. Til Titreringen bruges 28,95 cm³ af den nævnte Saltsyre (Faktor: 1,0196).

Ligningen, hvorpaa Bestemmelsen beror, er følgende:



Sid

heraf afledes, at 1 cm³ n-Saltsyre med Indhold

$$\frac{36,47}{1000} \text{ Gram HCl svarer til } \frac{138,2}{2} \cdot \frac{1}{1000} \text{ Gram Kaliumkarbonat.}$$

Betegner x % Kaliumkarbonat, bliver Opstillingen:

$$x = \frac{28,95 \cdot 1,0196 \cdot \frac{138,2}{2} \cdot 100}{1000 \cdot 10} = 19,98 \% \text{ Kaliumkarbonat.}$$

300
183

Regning med Titer.

En Titrervædskes Titer er Mængden af virksomt Stof (i Gram) eller en dermed ækvivalent Mængde af et andet Stof i 1 cm³. Den ovennævnte Saltsyre faar Titeren:

$$x = \frac{25,49}{25} \cdot \frac{36,47}{1000}$$

$$\log x = \log 25,49 + \log 36,47 - \log 25 - \log 1000$$

$$\log x = 1,40652 + 1,56194 - 4,39794$$

$$\log x = 0,57052 - 2$$

$$x = 0,03719$$

1 cm³ Saltsyre indeholder 0,03719 Gram Klorbrinte.

Anvendt paa Analysen af Sol. Carbon. kalic. bliver Opstillingen, naar x betegner $\frac{0}{0}$ Kaliumkarbonat:

$$x = \frac{28,35 \cdot 0,03719 \cdot \frac{138,2}{2} \cdot 100}{36,47 \cdot 10}$$

$$\log x = 1,30061$$

$$x = 19,98 \frac{0}{0}.$$

Regning med Ækvivalentrumfang.

Det titrimetriske Ækvivalentrumfang er det Rumfang (i cm^3), som indeholder 1 titrimetrisk Ækvivalent.

Den ovennævnte Saltsyre faar Ækvivalentrumfanget:

$$\frac{25 \cdot 1000}{25,49} = 980,4$$

Det vil altsaa sige, at der i $980,4 \text{ cm}^3$ af Opløsningen findes $36,47$ Gram Klorbrinte.

Anvendt paa Analysen af Sol. Carbon. kalic. bliver Opstillingen, naar x betegner $\frac{0}{0}$ Kaliumkarbonat:

$$x = \frac{28,35 \cdot \frac{138,2}{2} \cdot 100}{980,4 \cdot 10} = 19,98 \frac{0}{0}.$$

Det ses let af de tre Opstillinger af Analysen af Sol. Carbon. kalic., at Regning med Faktor og Regning med Ækvivalentrumfang giver simplere Opstilling og Udregning end Regning med Titer. Tillige bemærkes, at Regning med Titrervædske, der er saa nær ved at være normale, at man ikke behøver at tage Hensyn til Afvigelsen, giver den simpleste Opstilling.

Normal-Natriumhydroxyopløsning.

Denne Vædske indstilles lettest paa n-Syre. Bruges der f.Eks. til 20 cm³ af Saltsyren 18,85 cm³ Natriumhydroxyopløsning, saa bliver Faktoren:

$$\frac{20 \cdot 1,0196}{18,85} = 1,082$$

Ækvivalentrumfanget bliver derimod:

$$\frac{18,85 \cdot 1000}{20 \cdot 1,0196} = 924,0 \text{ cm}^3.$$

924 cm³ indeholder altsaa 40,01 Gram Natriumhydroxyd. Det er 1,082-n Natriumhydroxyopløsning.

Sid

0,1-n Syre og Base.

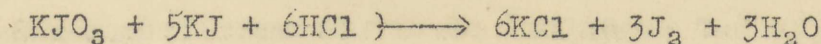
Disse Vædsker fremstilles ved at komme nøjagtig 50 cm³ n-Vædske fra en Pipette i en Maalekolbe paa $\frac{1}{2}$ Liter og fortynde op til Mærket.

0,1-n Vædske faar samme Faktor og samme Ækvivalentrumfang, som den helnormale Vædske har, hvoraf den er fremstillet ved Fortynding. Kommaet i Titeren rykker derimod een Plads til venstre. Dersom de skal bruges f.Eks. til Morfinbestemmelse, kan man kontrollere Fortyndingen paa følgende Maade: I en Flaske paa c.200 cm³ kommes fra en Pipette 20 cm³ 0,1-n Syre og derpaa c.80 cm³ Vand samt et Lag Æter. Derpaa titreres med 0,1-n Natriumhydroxyopløsning med Jodeosinopløsning som Indikator. Dersom Fortyndingen har været rigtig udført, kommer man til samme Forhold som før Fortyndingen. 20 cm³ af Saltsyren vil altsaa bruge 18,85 cm³ af Natriumhydroxyopløsningen. Principet er her at anvende samme Indikator under samme Forhold som senere ved Analysen.

300

300
183

Jodometrisk Syreindstilling.



Den kemiske Proces, som udtrykkes i ovenstaaende kemiske Ligning, forløber fuldstændig fra venstre til højre (praktisk talt). Mængden af dannet Jod (paa højre Side) er alene afhængig af Mængden af eet af de tre Stoffer (paa venstre Side). Er der afvejet en bestemt Mængde Kaliumjodat, men Overskud af Kaliumjodid og Syre, saa bestemmer Kaliumjodatet alene Mængden af dannet Jod. Er der derimod en bestemt Mængde fortyndet Syre, men Overskud af Kaliumjodat og -jodid, saa bestemmer Syren alene Mængden af Jod. Som oplysende Eksempel for Beregningen kan tages Kontrol af den ovenfor omtalte Saltsyre, efter at den er fortyndet til 0,1-n.

20 cm³ af den fortyndede Saltsyre kommes i en Kogeflaske sammen med Overskud af en Opløsning af Kaliumjodat og Kaliumjodid, og det frigjorte Jod titreres med 1,025-n Natriumtiosulfat. Bruges der 19,86 cm³, bliver Faktoren paa Saltsyren:

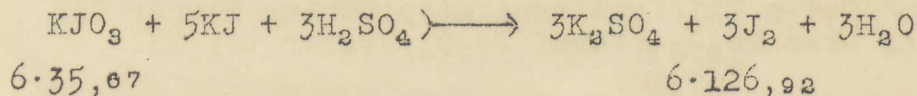
$$\frac{19,86 \cdot 1,025}{20} = 1,018$$

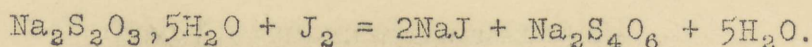
Fortyndingen har altsaa været god, thi Afvigelsen paa 20 cm³ er kun 0,03 cm³.

0,1-n Natriumtiosulfatopløsning.

Denne Titrervædske hed tidligere 0,2-n, hvilket Navn refererede sig til Mængden af Natriumtiosulfat. Det nye Navn refererer sig til Mængden af fri Jod, som den kan affarve. Vædskens Styrke og Tilberedning med udkogt, destilleret Vand er forøvrigt den samme (Kv.An.Side 12). Den kaldes 0,1-n, naar 1 Liter kan affarve (d.v.s. omsætte sig med) 0,1 Gram-Atom Jod.

Indstillingen beror paa Ligningerne:





Bruges der 26,85 cm³ af den fremstillede Vædske til 0,0982 Gram Kaliumjodat, faar denne Faktoren:

$$\frac{0,0982 \cdot 10000}{35,87 \cdot 26,85} = 1,025.$$

Sid

Bestemmelse af Mængden af Jerntveilte
med Stannoklorid.

Hertil anvendes Stannokloridopløsning (Kv.An. Side 31) og Jodopløsning (Kv.An. Side 13); men ingen af Vædskerne behøver at være indstillede forud, naar Bestemmelsen udføres paa følgende Maade. Stoffet kommes sammen med c. 20 cm³ fortyndet Saltsyre i en Kogeflaske, der lukkes med en Prop med Til- og Afledningsrør. Stoffet opløses ved Opvarmning til Kogning paa Traadnet under Kulsyretilledning. Til den varme Vædske sættes hurtig fra en Burette Stannokloridopløsning til fuldstændig Affarvning (hertil bruges 14,5 cm³) og derpaa et ringe Overskud. Der bruges ialt: 15 cm³ Stannokloridopløsning. Proppen sættes straks i, og Kulsyretilledningen fortsættes, medens Kogeflasken stilles i koldt Vand til Afkøling. I Ventetiden kommes der i en anden Kolbe 15 cm³ Stannokloridopløsning, som straks titreres med Jodopløsning, og hertil bruges 20,25 cm³ Jodopløsning.

Naar Kogeflasken er afkølet, titreres uden Ophold Overskud af Stannokloridopløsning med Jodopløsning; hertil bruges: 0,71 cm³ Jodopløsning. I en tredje Kolbe kommes nu endelig 20,25 - 0,71 = 19,54 cm³ Jodopløsning, som titreres med den 1,025-n Natriumtiosulfatopløsning. Bruges hertil 18,9 cm³, bliver Beregningen:

$$\frac{18,9 \cdot 1,025 \cdot 100 \cdot 0,008}{0,8255} = 18,77 \text{ } \% \text{ Fe}_2\text{O}_3:$$

Der er afvejet: 0,8255 Gram Stof.

1 cm³ 0,1-n Natriumtiosulfatopløsning svarer til 0,008 Gram Fe₂O₃, fordi Fe₂O₃. svarer til 2J.

300

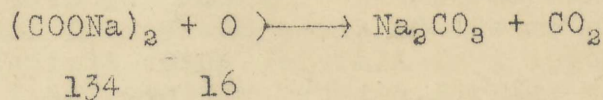
300

183

10

0,1-n Kaliumpermanganatopløsning.

Denne Titrervædske hed tidligere 0,02-n, hvilket Navn refererede sig til Indholdet af Kaliumpermanganat. Det nye Navn refererer sig til Mængden af Ilt, som den kan afgive. Vædskens Styrke, Tilberedning og Indstilling er forøvrigt den samme (Kv.An. Side 13). Processen hvorpå Indstillingen beror:



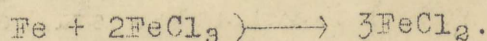
Til 0,1183 Gram Natriumoxalat bruges 14,5 cm³ Kaliumpermanganatopløsning. Faktoren bliver:

$$\frac{0,1183 \cdot 10000}{\frac{134}{2} \cdot 14,5} = 1,217$$

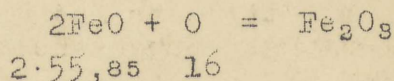
1 Liter 0,1-n Kaliumpermanganatopløsning kan afgive 0,8 Gram Ilt.

Ferrum reductum.

Ph.dan's Metode grunder sig paa Ligningen:



Det fremgaar af denne Ligning, at der dannes 3 Molekyler Ferrosalt for hvert Atom Jern; men da alt Ferrosaltet iltes af Kaliumpermanganatet, saa maa altså det forbrugte Antal cm³ Kaliumpermanganatopløsning divideres med 3 for at faa, hvor meget Kaliumpermanganatopløsning, der svarer til Jernmængden eller omvendt.



Heraf fremgaar, at 16 Gram Ilt svarer til 2.55,85 Gram Jern, hvoraf faas, at 1 cm³ 0,1-n Kaliumpermanganatopløsning svarer til 0,005585 Gram Jern. Er der afvejnet 0,3960 Gram Ferrum reductum, og er der affippetret 20 cm³ Ferroferrikloridopløsning, hvortil er medgaaet 32,5 cm³ 0,1217-n Kaliumpermanganatopløsning, saa bliver Opstillingen:

$$\frac{\frac{32,5}{3} \cdot 1,217 \cdot 0,005585 \cdot 100}{0,3960} = 93,02 \text{ } ^\circ\text{/o Fe.}$$

5

Sid

Dersom man har udført den samme Analyse to eller flere Gange og derved faaet forskellige Resultater, saa kommer Spørgsmaalet: hvilket Resultat ligger det teoretiske nærmest, og hvor stor maa Afvigelsen være? Om disse Spørgsmaal kan der ikke siges noget i al Almindelighed. Afvigelsen paa gode Analyser vil vel nærmest variere fra 1 paa 100 til 1 paa 300-400. At der i det hele taget kommer en Afvigelse skyldes Fejl; men hvilke disse er, og hvor meget de betyder hver for sig, er derimod vanskeligere at gøre Rede for. De største Fejl ligger ved almindelige Analyser sjældent i selve den kvantitative Metode, der jo teoretisk skal give samme Resultat, naar der hver Gang helt igennem arbejdes ganske ens. De Fejl, der skyldes Vægten, er som Regel ganske uden Betydning. Analytikerens Anlæg vil altid spille nogen Rolle. De uundgaaelige Fejls Størrelsesorden kan sjældent formindskes ud over en vis Grænse, derimod kan deres Indflydelse paa Enderesultatet ofte med Held elimineres. Som Eksempler paa det sidste kan nævnes, at een Draabe normal Saltsyre indeholder 10 Gange mere Klorbrinte end een Draabe 0,1-n Saltsyre. Dersom Inddelingerne paa en Burette overalt er lige gode, saa bliver der samme Fejl paa 0,5 cm³ som paa 5 cm³; men deres Indflydelse bliver i sidste Tilfælde 10 Gange mindre. Et andet Forhold maa ogsaa erindres. Ved Kloridbestemmelse ved Vejning udgør Klormængden 24,7^o/o af det vejede Sølvklorid. Ved Blybestemmelse udgør Blymængden derimod 68,3^o/o af det vejede Blyulfat. Dersom Fejlene i de to Tilfælde var ganske de samme, vilde de faa størst Indflydelse paa Resultatet ved Blybestemmelsen.

300

300

183

