lösung derselben in 2 bis 3 Stunden erfolgt. Das verdampfende Wasser muss von Zeit zu Zeit durch neues ersetzt werden, weil sonst die Reaktion explosionsartig verlaufen könnte. — Im übrigen wird das Gemisch wie bei dem Verfahren mit chlorsaurem Kalium und Salzsäure weiter behandelt.

Die Zerstörung nach dem Verfahren von C. Mai[1]. Man rührt die zerkleinerten Leichenteile mit Salzsäure (1 : 12) zu einem dünnen Brei an, fügt wenig chlorsaures Kalium hinzu, erhitzt über freier Flamme unter zeitweiligem Zusatz kleiner Mengen des Chlorats (0,2 g) und lässt die Masse nach der sehr bald eintretenden Verflüssigung erkalten; das ausgeschiedene Fett lässt sich dann meist leicht von der Flüssigkeit abheben. Dieses wird noch ein oder zwei Mal mit stark verdünnter Salpetersäure ausgekocht und das Filtrat mit der Hauptmenge der Flüssigkeit vereinigt Diese wird nun unter Zugabe kleiner Mengen von Ammoniumpersulfat, $(NH_4)_2S_2O_8$, so lange weiter erhitzt, bis eine klare, weingelbe Lösung entstanden ist, die dann abfiltriert und in der üblichen Weise mit Schwefelwasserstoffgas gesättigt wird.

Ammoniumpersulfat ist ein kräftig wirkendes Oxydationsmittel, das zudem der zu oxydierenden Flüssigkeit keine Substanzen zuführt, die nicht flüchtig sind.

Die Untersuchung der abfiltrierten Lösung auf Metallgifte. Abscheidung durch Schwefelwasserstoff.

Die nach dem Verfahren von Fresenius-v. Babo oder nach einem der anderen Verfahren erhaltene und von einem Ueberschuss von Salzsäure grösstenteils befreite, abfiltrierte Lösung, die bei richtigem Arbeiten meist nur schwach gelb[2]) gefärbt ist, wird in einer Kochflasche auf dem Wasserbade erhitzt und mit arsenfreiem Schwefelwasserstoffgas[3]) gesättigt. Man leitet in diese Lösung unter fortwährendem Erhitzen auf dem Wasserbade längere Zeit, 1/2 bis 1 Stunde und länger[4]), Schwefelwasserstoff ein und fährt mit dem Einleiten von

[1]) Zeitschr. f. Untersuchung der Nahrungs- und Genussmittel usw. 5, 1106 (1902).

[2]) Bei Vorhandensein von Chrom ist die erhaltene Lösung wie auch das Filtrat vom Schwefelwasserstoffniederschlage durch einen Gehalt an Chromchlorid, $CrCl_3$, mehr oder weniger grün gefärbt.

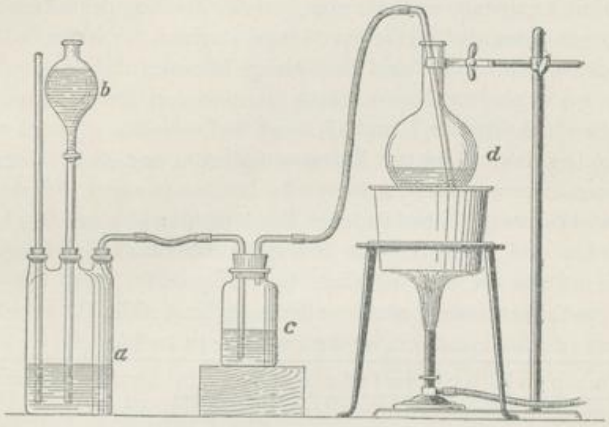
[3]) Arsenfreien Schwefelwasserstoff stellt man am bequemsten in der folgenden Weise her: Aus rohem, käuflichem Schwefeleisen und roher Salzsäure entwickelter Schwefelwasserstoff wird in verdünnte Natronlauge bis zur Sättigung eingeleitet; die erhaltene Lösung des Natriumsulfhydrats (NaSH) bringt man in einen Kugeltrichter (Scheidetrichter) und lässt sie in mässig verdünnte Schwefelsäure (1 + 4) fliessen, wobei die sofort einsetzende Entwicklung von völlig arsenfreiem Schwefelwasserstoff sich nach Belieben leicht regulieren lässt. Vergl. die Abbildung 11.

[4]) Bei Uebungsbeispielen genügt ein erheblich kürzeres Einleiten von Schwefelwasserstoff; auch kann hierbei der im Kippschen Apparat aus Schwefeleisen und Salzsäure entwickelte Schwefelwasserstoff Verwendung finden.

Schwefelwasserstoff bis zum Erkalten fort, nachdem man die Kochflasche von dem Wasserbade weggenommen hat.

Diese mit Schwefelwasserstoff gesättigte Flüssigkeit lässt man in der Kochflasche, die mit einem Stopfen nur lose verschlossen wird, mehrere Stunden, am besten bis zum andern Tage, ruhig stehen. Riecht dann die Flüssigkeit noch stark nach Schwefelwasserstoff und wird ein darüber gehaltenes »Bleipapier« geschwärzt, so kann sie weiter verarbeitet werden;

Fig. 12.



Apparat zur Entwicklung von arsenfreiem Schwefelwasserstoff.
a Entwicklungsflasche mit verdünnter Schwefelsäure; *b* Scheidetrichter mit Natriumsulfhydratlösung; *c* Waschflasche; *d* die salzsaure Lösung.

ist dies aber nicht der Fall, so wird die Flüssigkeit nochmals auf dem Wasserbade erwärmt und von neuem mit Schwefelwasserstoff gesättigt. Schliesslich wird der durch Schwefelwasserstoff erzeugte Niederschlag abfiltriert und mit schwefelwasserstoffhaltigem Wasser ausgewaschen.

Den erhaltenen **Niederschlag** untersucht man auf Arsen, Antimon, Zinn, Quecksilber, Blei, Kupfer, Wismut und Kadmium (Metallgifte I und II), und

das **Filtrat** von diesem Niederschlage auf Chrom und Zink (Metallgifte III).

Es ist zu beachten, dass pflanzliche und tierische Stoffe, also auch Leichenteile, bei der Behandlung mit Salzsäure und chlorsaurem Kalium häufig Flüssigkeiten liefern, die, auch bei Abwesenheit von Metallen dieser Gruppe, mit Schwefelwasserstoff gelbrot, braunrot oder dunkelbraun gefärbte Niederschläge [1]) geben. Derartige

[1]) Völlig ausgewaschenes Kaseïn und Fibrin gehen bei wiederholter Behandlung mit Kaliumchlorat und Salzsäure fast vollständig in Lösung und liefern ein Filtrat, aus welchem Schwefelwasserstoff schmutziggelb bis bräunlich gefärbte, amorphe Niederschläge fällt; diese Niederschläge enthalten neben viel freiem Schwefel schwefelhaltige organische Substanzen.

Niederschläge bestehen höchst wahrscheinlich zum Teil aus geschwefelten organischen Verbindungen. Entsteht also bei toxikologischen Untersuchungen in saurer Lösung mit Schwefelwasserstoff ein gefärbter Niederschlag, so darf man durch diesen nie zu der vorgefassten Meinung geführt werden, als müsse ein Metallgift unbedingt vorhanden sein! Auch aus der Farbe des erhaltenen Schwefelwasserstoffniederschlags kann somit nicht ohne weiteres auf das Vorhandensein eines bestimmten Metalls geschlossen werden.

Kontrollversuch. Einen Teil des Filtrats vom Schwefelwasserstoffniederschlage versetzt man, vor der Prüfung desselben auf Chrom und Zink, mit etwa der 10fachen Menge starkem Schwefelwasserstoffwasser, rührt um und lässt einige Minuten stehen. Entsteht hierbei kein gefärbter Niederschlag, so sind von den in Frage kommenden Metallen (Metallgifte I und II) auch keine mehr in der Lösung vorhanden, und es kann dann das Filtrat auf Chrom und Zink (Metallgifte III) weiter verarbeitet werden. Andernfalls ist das gesamte Filtrat von dem mit Schwefelwasserstoff entstandenen Niederschlag erst mit Wasser stark zu verdünnen und nochmals mit Schwefelwasserstoff zu sättigen. Blei und Cadmium werden nämlich bei Gegenwart von viel Salzsäure durch Schwefelwasserstoff nicht vollständig ausgefällt (s. oben).

Ausziehen des »Schwefelwasserstoffniederschlags« mit Ammoniak-Schwefelammonium. Der mit Schwefelwasserstoff erhaltene, ausgewaschene und noch feuchte Niederschlag wird auf dem Filter mit einer heissen Mischung aus annähernd gleichen Teilen Ammoniak und gelbem Schwefelammonium gründlich ausgezogen. Dies geschieht in der Weise, dass man das zum Sieden erhitzte Ammoniak-Schwefelammoniumgemisch, 5—10 cm, auf den Niederschlag, der sich auf dem Filter befindet, träufelt, das abfliessende Filtrat aufkocht, dann wiederum auf den Niederschlag zurück giesst und diese Operation noch einige Mal wiederholt. Schliesslich spült man das Filter noch mit wenigen ccm eines neuen Ammoniak-Schwefelammoniumgemisches aus. Das aufgesammelte **Filtrat** muss auf Arsen, Antimon, Zinn und Kupfer[1]) = Metallgifte I,

der **Filterrückstand** auf Quecksilber, Blei, Kupfer, Wismut und Kadium = Metallgifte II, untersucht werden.

[1]) Schwefelkupfer, CuS, ist in heissem, gelbem Schwefelammonium in erheblicher Menge löslich. — Beim Behandeln einer kupferhaltigen Schwefelammoniumlösung nach dem Verfahren von S. 133 entsteht Kupferoxyd, welches der Schmelze ein mehr oder weniger graues oder schwarzes Aussehen erteilt. Wird die Schmelze mit Wasser ausgezogen, so bleibt schwarzes Kupferoxyd neben Zinnoxyd und pyroantimonsaurem Natrium im Rückstande. Zum Nachweis des Kupfers löst man den schwarzen Rückstand in wenig verdünnter heisser Salssäure auf und teilt die erhaltene Lösung in zwei Teile: den einen Teil versetzt man mit Ammoniak bis zur alkalischen Reaktion: Blaufärbung der Lösung, den andern Teil mit Ferrocyankalium: braunroter Niederschlag von Ferrocyankupfer, $[Fe(CN)_6]Cu_2$.