Entdeckung veröffentlicht, — und als eine neue Methode zur Auffindung der beiden Elemente Jod und Brom, wenn sie neben einander vorkommen, das Verfahren beschrieben, bei welchem man eine in der angegebenen Art zu behandelnde verdünnte Lösung mit Schwefelkohlenstoff schüttelt, welcher dann zuerst durch das Jod violettroth gefärbt wird, bei weiterem Hinzutritt von Chlor diese Farbe allmählich wieder verliert, um endlich die bräunlich-gelbe des freien Broms anzunehmen. Ich bemerke hierzu, dass Princip und Methode schon vor Jahren von Fresenius veröffentlicht worden sind. *)

Ein neues, ausserordentlich empfindliches Reagens auf Alkalien und alkalische Erden bildet nach R. Boettger **) der prachtvolle Farbstoff in den Blättern der jetzt ziemlich verbreiteten, strauchartigen Zierpflanze *Coleus Verschaffelii*. — Digerirt man die gut entwickelten frischen Blätter dieser Pflanze in einem gut verschliessbaren weithalsigen Glase während 24 Stunden mit durch einige Tropfen Schwefelsäure angesäuertem absolutem Alkohol, ersetzt man dann die ihres Farbstoffes ziemlich beraubten Blätter durch eine neue Portion derselben, filtrirt, tränkt mit der Flüssigkeit schwedisches Filtrirpapier und trocknet, so erhält man ein prachtvoll roth gefärbtes, durch Alkalien und alkalische Erden sich mehr oder weniger schön grün färbendes Reagenspapier, welches in wohl verschlossenen Gefässen aufbewahrt, an Empfindlichkeit und Schärfe das schwach geröthete Lackmuspapier, das Curcumapapier etc. bei weitem übertrifft. Von freier Kohlensäure wird dies Papier nicht verändert, weshalb sich mit demselben die geringsten Spuren von in Wasser gelösten kohlensauren alkalischen Erden nachweisen lassen. In gewöhnlichem Leuchtgase lässt sich mit demselben ebenfalls ein Ammoniakgehalt auffinden, wenn man es schwach befeuchtet und nur ganz kurze Zeit über die geöffnete Mündung eines Brenners hält.

Ueber die Bestimmung des Eisenoxyduls in Silicaten, welche in den gewöhnlichen Mineralsäuren nicht löslich sind. Um solche Silicate dieser Gattung, welche auch beim Erhitzen mit verdünnten Säuren im verschlossenen Glasrohr nicht zersetzt werden, bei völligem Luftabschluss durch ein Gemenge von Schwefelsäure und Flusssäure

*) Fresenius, Anleit. zur qualit. Anal. 9te Aufl. (1856 — pag. 172.) bis 12te Aufl. (1866 — pag. 229.) Diese Zeitschr. Bd. 1, p. 46.

**) Jahresber. des physikal. Vereins zu Frankfurt 1865/66 pag. 51.

aufzuschliessen, wendet I. P. Cooke*) den im Nachstehenden abgebildeten Apparat an.

Fig. 12.

Ein gewöhnliches kupfernes Wasserbad ist mit drei Röhrenansätzen versehen, von denen der eine (rechts in Fig. 12.) mit einem Kohlensäureentwicklungsapparate, der zweite (links in der Fig.) mit einer Mariotte'schen Flasche zur Unterhaltung eines constanten Wasserstandes im Bade in Verbindung steht und der dritte, etwas unter dem ersten angebrachte einen Kautschukschlauch trägt, der den Abfluss des Wassers ermöglichen soll. Der Deckelrand des Wasserbades ist mit einer kreisförmigen, vertieften Rinne versehen, welche den Rand eines umgestülpten Trichters aufnimmt und durch das beim Kochen mit fortgerissene Wasser voll Flüssigkeit gehalten werden soll, was man erreichen kann, wenn das Bad mit Wasser beinahe vollgefüllt erhalten wird und der das Gefäss tragende Deckelring mit zahlreichen Löchern versehen ist. Der Glastrichter ermöglicht die stete Beobachtung des auf dem Wasserbad stehenden, unaufhörlich mit einer Atmosphäre von Wasserdampf oder von Kohlensäure umgebenen Gefässes und erforderlichen Falls durch Einführung eines Trichterrohrs oder eines Rührstabes eine Nachtragung des Lösungsmittels und ein Aufrühren des Gefässinhaltes.

Bei der Bestimmung des Eisenoxyduls in Silicaten übergiesst der Verf. 0,5 bis 1 Grm. der fein pulverisirten Substanz in einem Platintiegel

*) Sillim. americ. Journ. [II]. Bd. 44, p. 347.

mit einem Gemenge von verdünnter Schwefelsäure (1,5 spec. Gew.) und so wenig Fluorwasserstoffsäure als nach einem Vorversuch nöthig ist, um die Lösung zu bewirken, rührt mit einem Platinspatel auf, setzt den Tiegel auf das Wasserbad, bedeckt ihn mit dem Trichter, füllt die Rinne im Deckel des Bades mit Wasser und das Innere des Trichters mit Kohlensäure und zündet die Lampe unter dem Bade an. Wenn das Wasser köcht, hört er mit dem Zuleiten von Kohlensäure auf, und, falls das Wasserniveau in dem Bade zweckmässig adjustirt ist, erhält sich nun von selbst die Rinne voll Wasser und der Raum unter dem Trichter voll Wasserdampf. Wenn die Masse am Boden des Tiegels zusammenbackt, was namentlich nicht selten bei der Bildung einer grösseren Menge unlöslicher schwefelsaurer Salze statt findet, so entfernt der Verf. die Lampe unter dem Bade, füllt den Apparat mit Kohlensäure und rührt mit einem an eine Glasröhre angeschmolzenen starken Platindrahte um, spritzt letzteren durch den Trichterstiel in den Tiegel ab, und erhitzt weiter nach Unterbrechung des Kohlensäurestroms.

Nach vollendeter Zersetzung wird letzterer von Neuem hergestellt, die Lampe ausgelöscht und nun das Rohr der Mariotte'schen Flasche so weit emporgezogen, dass sein unteres Ende höher als das für den Wasserabfluss bestimmte Rohr des Wasserbades zu liegen kommt, so dass nun ein langsamer Strom von Wasser durch das Bad fliesst und den ganzen Apparat rasch abkühlt.

Der Tiegelinhalt wird sodann in ein Becherglas entleert, mit Wasser auf ungefähr 500 CC. verdünnt und das Eisenoxydul in gewöhnlicher Weise mit übermangansaurem Kali bestimmt. Dass hierbei die Fluorwasserstoffsäure auf das letztere Reagens keinen Einfluss ausübt, davon hat der Verf. sich durch directe Versuche überzeugt, indem er zur Oxydation einer bestimmten Menge Eisenoxydulammoniumsulfat, mochte die Lösung nur mit Schwefelsäure oder ausserdem noch mit einer grossen Menge Fluorwasserstoffsäure (selbst mit vier bis fünfmal so viel als man bei irgend einer Mineralanalyse gebraucht) vermischt sein, stets die nämliche Quantität übermangansauren Kalis verbrauchte.*)

*) Natürlich müssen die angewandten Säuren frei von reducirenden und von oxydirenden Substanzen sein. Nach des Verfassers Erfahrungen trifft das bei der im Handel vorkommenden Fluorwasserstoffsäure meistens nicht zu, weshalb erst eine mehrmalige Rectification vor ihrer Anwendung erforderlich war.

Zur Prüfung der Zuverlässigkeit seines Apparates löste der Verf. in demselben mehreremale 0,2 Grm. Eisen in verdünnter Schwefelsäure und erhitzte die Lösung mit dem Wasserbad länger als 12 Stunden, ohne dass die geringste Bildung von Oxyd eintrat.

Der Verf. theilt die Resultate mehrerer nach diesem Verfahren ausgeführter Bestimmungen des Eisenoxyduls im Actinolit mit, welche vollkommene Uebereinstimmung zeigen und empfiehlt zum Schluss seinen Apparat noch für solche Fälle, in denen man die Verdunstung von Wasser aus einer zu erhaltenden Lösung verhindern will; auch soll der Dampf unter dem Trichter dem Entweichen flüchtiger Säuren in hohem Grade entgegen wirken, wie denn bei dem beschriebenen Versuch der Trichter nicht wahrnehmbar angegriffen wurde, obwohl die angewandte Fluorwasserstoffsäure sehr stark war.

Ueber die Bestimmung des Mangans als Pyrophosphat. W. Gibbs*) empfiehlt bei der quantitativen Bestimmung des Mangans, dasselbe als phosphorsaures Manganoxydul-Ammon ($2 \text{ MnO}, \text{ NH}_4\text{O PO}_5 + 2 \text{ HO}$) niederzuschlagen und letzteres Salz durch Glühen in pyrophosphorsaures Manganoxydul überzuführen. Der Verf. führt als Vorzüge dieser Methode an, dass das Ammonsalz sich sehr leicht bilde, völlig unlöslich sei in heissem Wasser, unter bestimmten Umständen eine ausgezeichnet krystallinische Beschaffenheit annehme, so dass es sich leicht auswaschen lasse, und dass das pyrophosphorsaure Salz eine vollkommen constante Verbindung sei, während man von dem häufig zur Bestimmung des Mangans benutzten Oxyde nicht mit Sicherheit annehmen könne, dass es ganz aus Oxydoxydul bestehe.

Zur Ausführung der Bestimmung wird die Manganlösung mit einer weit grösseren Quantität phosphorsauren Natrons versetzt, als zur Bildung von phosphorsaurem Manganoxydul erforderlich ist und, nachdem der dadurch entstandene weisse Niederschlag in überschüssiger Schwefel- oder Salzsäure aufgelöst und zum Kochen erhitzt worden ist, Ammoniak im Ueberschuss hinzugefügt. Der weisse, halb gelatinöse Niederschlag, welcher hierdurch entsteht, wird beim Kochen und nach einiger Zeit selbst in der Kälte allmählich krystallinisch und verwandelt sich endlich vollständig in schöne talkartige Schuppen mit Perlglanz und von blass rosenrother Farbe. Der Verf. empfiehlt die Fällung in einer Platinschale vorzunehmen, den Niederschlag zehn bis fünfzehn Minuten

*) Sillim americ. Journ. [II] 44, pag. 216.