Zwei von den Filtraten und ein Waschwasser wurden auf Arsensäure geprüft und davon völlig frei befunden.

Zur Bestimmung der Schwefelsäure als schwefelsaurer Baryt.
Die unangenehme Eigenschaft des schwefelsauren Barytes trotz aller Vorsicht häufig durchs Filter zu gehen, ist jedem Chemiker genugsam bekannt. Da man diese Eigenthümlichkeit des genannten Körpers einer ausserordentlichen Feinkörnigkeit zuschreiben muss, so versuchte Leo Liebermann*) den Niederschlag durch irgend ein Klebemittel grobkörniger zu machen und es gelang ihm dies mit Amylum. Versetzt man nämlich die Flüssigkeit, in der BaO, SO_3 gefällt wurde, mit einer kleinen Federmesserspitze Amylum und erwärmt 5—6 Minuten, indem man fortwährend mit einem Glasstabe umrührt, so lässt sich der schwefelsaure Baryt, gleichviel ob heiss oder kalt, ob abgesessen oder aufgeführt, bei richtiger Manipulation auch durch ordinäres Filtrirpapier, mit vollkommen klarem Filtrat trennen und mit kaltem Wasser waschen.

Wohl zu beachten ist jedoch, dass dies nicht gelingt, wenn der Flüssigkeit, in der die Schwefelsäure bestimmt werden soll, vor deren Ausfällung Amylum zugesetzt wird, namentlich, wenn die Flüssigkeit stark sauer ist.

Dieses Verfahren wurde sowohl von dem Verfasser, als auch auf dessen Veranlassung von mehreren Praktikanten versucht, für sehr bequem und auch für quantitative Bestimmungen tauglich befunden. Noch sei erwähnt, dass mehrere Versuche ergaben, dass ein halber CC. von einem Wasser, das in 500 CC. 1 Grm. Amylum suspendirt enthält, also eine Menge von ungefähr 0,0002 Grm. Amylum genügt, um 0,5—1,0 Grm. BaO, SO_3 filtrirbar zu machen. Zu folgenden 3 Beleganalysen wurde immer eine kleine Federmesserspitze Amylum verwendet. Wie dieselben zeigen, ist die Reduction des schwefelsauren Baryts durch die Kohle des Amylums, beim Glühen des Niederschlages, von keiner wesentlichen Bedeutung.

I. 3,044 Grm. $\text{FeO}, \text{SO}_3 + 7 \text{HO}$ gaben mit Ba Cl und Amylum = 2,573 Grm. BaO, SO_3 . Demnach an Schwefelsäure:

gefunden 35,54 pCt.

berechnet 35,25 pCt.

II. 2,032 Grm. $\text{CuO}, \text{SO}_3 + 5 \text{HO}$ gaben mit Ba Cl und Amylum = 1,896 Grm. BaO, SO_3 . Demnach an Schwefelsäure:

gefunden 39,240 pCt.

berechnet 39,278 pCt.

*) Als Separatabdruck aus den Ber. d. naturw.-med. Vereins Innsbruck vom Verfasser eingesandt.

III. 10 CC. einer Normal-Schwefelsäure mit BaCl und Amylum gaben = 1,186 Grm BaO, SO₃. Demnach an Schwefelsäure:
gefunden 0,407 pCt. berechnet 0,400 pCt.

Eine neue Methode zur Bestimmung der Borsäure hat A. Ditte*) angegeben. Dieselbe gründet sich auf die Abscheidung der Borsäure in Form von borsauerm Kalk, den man aus einem schmelzenden Gemenge von Chlorcalcium, Chlornatrium und Chlorkalium auskrystallisiren lässt.

Handelt es sich darum, die Borsäure in einer Lösung zu bestimmen, in welcher sie entweder allein oder an Alkalien gebunden enthalten ist, so versetzt man dieselbe — nachdem alle etwa vorhandene freie Säure durch Ammon neutralisirt worden ist — mit einer gesättigten Lösung reinen Chlorcalciums im Ueberschuss. Es entsteht ein gelatinöser Niederschlag von borsauerm Kalk, welcher alle Borsäure enthält. Dieser Niederschlag ist übrigens, namentlich in der Wärme, in einem Ueberschuss von Chlorcalcium löslich. Man bringt das Ganze (Flüssigkeit und Niederschlag) — wenn nöthig portionenweise — in einen Platintiegel und verdampft vorsichtig zur Trockne; ein Verlust an Borsäure durch Verflüchtigung findet dabei nicht statt. Ist die Masse trocken geworden, so füllt man den Tiegel mit einer Mischung von reinem krystallisirtem Chlornatrium und Chlorkalium (nach den Aequivalentverhältnissen), bedeckt ihn mit seinem Deckel und erhitzt anfangs mässig, um das im Chlorcalcium noch enthaltene Wasser zu verjagen, dann stärker, um das Salzgemisch zum Schmelzen zu bringen. Der viel schwerer schmelzbare borsaure Kalk sammelt sich am Boden des Tiegels zu einer schwammigen Masse an, löst sich theilweise in dem schmelzenden Salzgemenge auf und wenn man den Boden des Tiegels stärker erhitzt, als den oberen Theil desselben, so krystallisirt der gelöste borsaure Kalk an der Oberfläche der schmelzenden Masse aus. Die mit erstarrenden Chlormetallen umhüllten Krystalle bilden einen Ring, welcher sich an den Wänden des Tiegels etwas über die Oberfläche der Schmelze hinaufzieht und nach einiger Zeit ist aller borsaure Kalk in diesen Ring gewandert, am Boden des Tiegels dagegen ist keiner mehr geblieben.

Der ursprüngliche Niederschlag hat keine constante Zusammensetzung, er kann sich, selbst in der Kälte, in einem Ueberschusse seines Fällungsmittels, des Chlorcalciums, vollständig auflösen, selbst von Wasser wird er zersetzt. Nach der Krystallisation dagegen erhält man schöne

*) Ann. Chim. Phys. [5 sér.] 4, 549 und Compt. rend. 80, 490, 561.