das Gewicht des vorhandenen Kalks. Durch vorsichtiges Einäschern des Filters und Erhitzen des Niederschlags auf dunkle Rotglut werden immer zu niedrige Resultate erhalten. Da Magnesiumwolframat löslich ist, ermöglicht die Methode auch eine Trennung des Kalziums von Magnesium, und es kann im gewöhnlichen Gang der Analyse, nachdem man Eisen und Tonerde durch Ammoniak und den Kalk mit Natriumwolframat abgeschieden hat, das Magnesium als Magnesiumammoniumphosphat gefällt werden.

Der Verfasser hat die Methode mit Lösungen von bekanntem Gehalt geprüft und bei der Analyse von Zementen und hydraulischen Kalken benutzt.

Zur Bestimmung des Lithiums in Mineralwassern verdampft L. R. Milford¹⁾ 200 bis 500 *ccm* Wasser in einer grossen Platinschale unter zeitweiligem Zufügen kleiner Mengen von Salzsäure zur Trockne. Der Rückstand wird zur Abscheidung der Kieselsäure 30 Minuten bei 120° C. getrocknet, dann mit einer kleinen Menge verdünnter Salzsäure durchfeuchtet und nach Zusatz von 25 *ccm* 95-prozentigem Alkohol mit einem Pistill zerrieben. Die alkoholische Lösung wird durch ein Filter in eine Platinschale gegossen und der Rückstand mit 95-prozentigem Alkohol ausgewaschen, bis sich spektroskopisch kein Lithium mehr erkennen lässt. Man verdampft die Lösung, zuletzt unter Zusatz einiger Tropfen Salzsäure, und extrahiert den Trockenrückstand wie zuvor, aber diesmal mit absolutem Alkohol. Das Filtrat wird wieder in einer Platinschale zur Trockne gebracht, der Rückstand mit etwas verdünnter Salzsäure aufgenommen, das Magnesium mit überschüssiger Kalkmilch gefällt und im Filtrate das Kalzium mit Ammon und Ammoniumoxalat abgeschieden. Nach 12-stündigem Stehen wird filtriert und das Kalziumoxalat mit etwa 100 *ccm* Wasser ausgewaschen, bis sich in dem Niederschlage kein Lithium mehr nachweisen lässt. Filtrat und Waschwasser werden zur Trockne verdampft und die Ammonsalze verjagt, der Rückstand wird in wenig Salzsäure gelöst, die Lösung mit Ammon und Ammoniumoxalat versetzt und ein etwa beim Einengen sich abscheidender Niederschlag abfiltriert. Das Filtrat wird wieder verdampft, die Ammonsalze bei niedriger Temperatur vollständig verjagt, der Rückstand mit Wasser aufgenommen, filtriert und mit möglichst wenig Wasser ausgewaschen. Nun wird unter Zusatz von wenig Salzsäure und etwas Chlorwasser

---

¹⁾ Chem. News 106, 217.

nochmals zur Trockne verdampft, um etwa vorhandene Bromide und Jodide zu zersetzen; der schwach geglühte Rückstand wird in wenig Wasser gelöst, die Lösung mit einigen Tropfen Salzsäure angesäuert und in eine grosse Platinschale gebracht. Man fügt etwa 30 *ccm* Amylalkohol hinzu, erhitzt unter beständigem Rühren zum Kochen und gibt nach dem Wegkochen des Wassers einen Tropfen verdünnte Salzsäure hinzu, um gebildetes Lithiumhydroxyd wieder in Chlorid überzuführen. Nachdem man die Lösung auf dem Dampfbade weiter bis auf etwa 15 *ccm* eingengt hat, filtriert man das abgeschiedene Natrium- und Kaliumchlorid ab und verdampft das Filtrat in einer Platinschale zur Trockne. Man gibt Wasser und einige Tropfen verdünnte Schwefelsäure hinzu, bringt wieder zur Trockne, erhitzt auf dunkle Rotglut und löst nach dem Erkalten in Wasser. Zur Entfernung der letzten Spuren von Magnesium versetzt man mit einigen Tropfen Ammoniak, filtriert und wäscht mit kochendem Wasser aus. Nach dem Eindampfen des Filtrats wird wieder zum Glühen erhitzt, die Behandlung mit Ammoniak wiederholt, bis das Magnesium vollständig entfernt ist, und das Lithium schliesslich als Sulfat gewogen. Von dem erhaltenen Gewicht werden als Korrektur für die Löslichkeit des Natrium- und Kaliumchlorids in Amylalkohol 0,0017 *g* in Abzug gebracht.

Zur titrimetrischen Bestimmung des Ammoniaks schlägt L. W. Winkler¹⁾ vor, das abdestillierte Ammoniak in Borsäurelösung zu leiten und unter Verwendung von Methylorange oder Kongorot als Indikator mit Säure direkt zu titrieren. Die Lösung der Borsäure verändert die Farben der genannten Indikatoren nicht merklich, sie bindet aber das Ammoniak vollständig, wenn die Borsäure in gehörigem Überschusse vorhanden ist. Der Farbenumschlag beim Titrieren mit Salzsäure ist äusserst scharf.

Das Verfahren wird sich besonders bei der Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl bewähren. Man gibt bei 0,1 bis 0,2 *g* Ammoniak in die zum Auffangen des Destillats bestimmte Vorlage 5 *g* reine kristallisierte Borsäure und 100 *ccm* Wasser. Wird die Vorlage durch Einstellen in kaltes Wasser gekühlt, so ist die Benutzung eines Kühlers unnötig. Bei grösseren Mengen Ammoniak muss man entsprechend mehr Borsäure und Wasser nehmen. Will man eine besondere Genauigkeit erreichen, so versetzt man 100 *ccm* kalt gesättigte, wässrige Borsäure-

---

¹⁾ Zeitschrift f. angew. Chemie **26**, 231.