Knallgas in der Minute. Zur vollständigen Abscheidung des Eisens waren 4—8 Stunden erforderlich.

Das gefällte Eisen haftete fest an der Platinschale und hatte ein Aussehen wie Stahl. Abgewaschen wurde es mit Wasser, Alkohol und Aether und zeigte nach dem Trocknen während mehreren Wochen keine Neigung sich zu oxydiren.

Mit gleich zufriedenstellendem Erfolg wie die Bestimmungen des Eisens gelangen dem Verfasser Trennungen von Thonerde und Titan.

Zur Bestimmung von Eisenoxyd und Thonerde neben Kalk und Phosphorsäure verfährt G. Kennepohl*) folgendermaassen:

Die in einem 100 oder 200 cc Kolben befindliche salzsaure Lösung wird mit Ammoniak neutralisirt; zu der neutralen oder schwach ammoniakalischen Lösung gibt man weiter, unbekümmert um die durch Ammoniak entstandene Fällung, Oxalsäure in geringem Ueberschusse und erwärmt einige Zeit auf etwa 80° C. Nachdem sich der oxalsaure Kalk gut abgesetzt hat, wird abgekühlt, zur Marke aufgefüllt, durch ein Faltenfilter filtrirt und vom klaren Filtrate eine abgemessene Menge in der Platinschale eingedampft. Der trockene Rückstand wird zur Zersetzung und Vertreibung der Oxalsäure gelinde geglüht, mit concentrirter Ammoniaklösung befeuchtet**), bei bedeckter Schale ausgetrocknet und schliesslich unter Erwärmen in concentrirter Salzsäure gelöst. Die Lösung wird in ein Becherglas gespült***) und mit Ammoniak und Essigsäure nun das Eisenthonerdephosphat in bekannter Weise gefällt und verarbeitet.

Ueber die Trennung des Cadmiums vom Zink und über die Trennung von Zink, Nickel, Eisen und Mangan liegen Mittheilungen von Ad. Carnot vor.

Die Trennung des Cadmiums vom Zink†) gründet der Verfasser darauf, dass aus einer beide Metalle enthaltenden, concentrirten Lösung Oxalsäure in Chlorammonium schwer lösliches oxalsaures Zinkoxyd fällt, während Cadmium bei Gegenwart von Ammoniak in ein leicht lösliches Doppelsalz umgewandelt wird. In der zu fällenden Lösung darf jedoch keine andere freie Säure enthalten sein wie Oxalsäure.

Zur Ausführung neutralisirt man die saure, concentrirte Lösung

---

*) Chemiker-Zeitung 12, 923

**) Um das Auflösen in Salzsäure zu erleichtern.

***) Abfiltriren ist unnöthig, wenn die Lösungen kieselsäurefrei waren.

†) Compt. rend. 102, 622.

genau mit Ammoniak, gibt Salmiak im Ueberschuss*) und dann etwa 2 g Oxalsäure in Lösung zu. Man erhitzt nun während einiger Minuten zum Kochen.

Ist Zink in erheblicher Menge vorhanden, so scheidet es sich krystallinisch als oxalsaures Zinkoxyd ab, welches man durch Decantation trennt und mit einer heissen Lösung von Chlorammonium auswäscht. Bei Gegenwart von Zink in sehr geringen Mengen entsteht unter Umständen kein Niederschlag.

Die Lösung, welche alles Cadmium neben wenig Zink enthält, wird auf 200—250 cc verdünnt und zum Sieden erhitzt; hierbei darf sich keine weitere Fällung ergeben. Man fügt nun ein oder mehrere Male unterschwefligsaures Natron oder Ammon zu, säuert nach Bedürfniss mit Oxalsäure an und erhält im Kochen, bis der Niederschlag von Schwefelcadmium sich nicht weiter vermehrt.

Das gefällte Schwefelcadmium wird in Salpetersäure gelöst, die Lösung mit Schwefelsäure abgeraucht und das gebildete schwefelsaure Cadmiumoxyd gewogen.

Aus dem Filtrate fällt man mittelst Schwefelwasserstoffs Schwefelzink. Das zuerst erhaltene oxalsaure Zinkoxyd führt man durch Erhitzen in Zinkoxyd über und wägt die vereinigten Niederschläge als Schwefelzink.

Zur Trennung von Zink, Nickel, Eisen und Mangan verfährt A. d. Carnot**) folgendermaassen:

Die kalte, verdünnte Lösung wird mit Ammoniak vollständig neutralisirt, mit Oxalsäure schwach angesäuert und dann Schwefelwasserstoff in raschem Strome eingeleitet. Das gefällte, reine Schwefelzink wird gewogen.

Das Filtrat neutralisirt man mit Ammoniak, fügt neutrales essigsaures Ammon oder Natron im Ueberschuss zu, säuert auf's Neue schwach mit Essigsäure an, leitet ziemlich lange Schwefelwasserstoff ein und lässt den gebildeten Niederschlag von Schwefelnickel und Schwefeleisen in verstopfter Flasche absitzen. Aus dem Filtrate kann man dann nach dem Verfasser durch Ammoniak und Schwefelammonium reines Schwefelmangan fällen.

Die eben beschriebene Methode empfiehlt der Verfasser speciell zur

---

*) 10 Theile Salmiak auf 1 Theil Metall.

**) Compt. rend. 102, 678.

Trennung von Zink und Eisen. Er schreibt zu diesem Zweck vor, mit Ammoniak fast zu neutralisiren, stark zu verdünnen, Chlorammonium zuzufügen und mit einer geringen Menge von oxalsaurem Ammon zu versetzen, damit bei der nun folgenden Fällung mittelst Schwefelwasserstoffs neben dem Schwefelzink kein oxalsaures Eisenoxyd niedergeschlagen wird.

Die von dem Verfasser angeführten Beleganalysen sind zufriedenstellend.

Zur Analyse des Bleisuperoxyds. L. Opificius*) löst Bleisuperoxyd oder Mennige in der Weise, dass er die zu untersuchende Substanz mit Salpetersäure von 1,2 specifischem Gewichte übergiesst und etwas chemisch reines metallisches Kupfer zugibt. Ohne dass Erwärmen nothwendig ist, löst sich in sehr kurzer Zeit das Bleisuperoxyd vollständig auf, sofern man öfter umschüttelt. Das Verfahren bietet den Vorthail, dass die Anwendung reducirend wirkender organischer Körper vermieden wird.

Zur Bestimmung von Kupfer und Arsen in Pyriten. Handelt es sich um die Bestimmung des Kupfers, so empfiehlt R. Nahnsen**) folgendermaassen zu verfahren: Von dem sehr fein pulverisirten, getrockneten Kiese werden 12,5 g in einem etwa 17 cm hohen, dünnwandigen Becherglase mit 10 cc Wasser und 1 cc starker Schwefelsäure übergossen. Unter Bedecken des Glases mit einer Porzellanschale fügt man nach und nach Salpetersäure vom specifischen Gewicht 1,4 so lange hinzu, bis kein Aufschäumen mehr erfolgt. Man lässt die Flüssigkeit bei ziemlich starker Flamme sieden, entfernt nach einigen Minuten die Porzellanschale, welche durch die von ihr condensirte Säure genügend abgespült ist, und setzt unter häufigem Umschwenken der allmählich sich verdickenden Flüssigkeit das lebhafte Sieden so lange fort, bis beim Umschwenken des Glases kaum noch ein Nachgeben der zähen Flüssigkeit stattfindet und über derselben gelbe Salztheile sich auszuschcheiden beginnen. Durch bereit gehaltenes warmes Wasser bringt man jetzt den Brei schnell in Lösung. Der ganze Vorgang nimmt bei einiger Uebung 10—15 Minuten in Anspruch.

Die erkaltete Lösung wird in einen 250 cc Kolben übergeführt, aufgefüllt und durch ein trockenes Filter filtrirt. 200 cc (= 10 g Kies)

---

*) Chemiker-Zeitung 12, 477.

**) Chemiker-Zeitung 11, 692.