Für gewöhnliche Fälle reichen die nach den Formeln berechneten Werthe aus, für feinere Einstellungen empfiehlt Marshall die Verwendung zweier Tabellen, die den Vortheil haben, dass man nicht genau auf die Temperatur 15 oder 18° einzustellen hat, da diese Tabellen auch für Zehntelgrade ausgearbeit sind.

II. Chemische Analyse anorganischer Körper.

Von

H. Weber.

Zur Trennung des Aluminiums vom Eisen haben F. A. Gooch und F. S. Havens¹⁾ ein Verfahren ausgearbeitet, welches darauf beruht, dass wasserhaltiges Aluminiumchlorid ($\text{AlCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}$) von concentrirter Salzsäure nur sehr wenig gelöst wird, während Eisenchlorid in dieser Säure leicht löslich ist. Die Löslichkeit des Aluminiumchlorids wird noch wesentlich gemindert, wenn die concentrirte Salzsäure mit dem gleichen Volumen wasserfreien Aethers versetzt und die Mischung unter Kühlung mit Chlorwasserstoffgas gesättigt wird. Von 125000 Theilen dieses Salzsäure-Aethergemisches werden nur annähernd 5 Theile Aluminiumchlorid gelöst. Kleinere Mengen von Eisenchlorid werden von der Mischung leicht aufgenommen, grössere Eisenmengen bewirken dagegen die Abscheidung einer grünen, öligen Schicht von ätherischem Eisenchlorid, die erst wieder vollkommen mischbar wird, wenn man eine grössere Menge Aether hinzufügt. Hieraus folgt, dass für die Trennung kleiner Eisenmengen vom Aluminium ein Gemisch gleicher Volumtheile Aether und concentrirter Salzsäure genügt, während die Anwesenheit grösserer Eisenmengen einen entsprechend grösseren Aetherzusatz erfordert.

Bei Anwendung der Methode wurde die zu untersuchende Lösung von Aluminium- und Eisenchlorid auf ein kleines Volumen gebracht, mit 15 cc einer Mischung gleicher Theile starker Salzsäure und Aether versetzt und das Ganze unter möglichster Kühlung des Gefässes durch Wasser mit Chlorwasserstoffgas bei 15° C. gesättigt. Sodann wurden noch 5 cc Aether hinzugegeben, um eine vollständige Mischung herbeizuführen, und nochmals Chlorwasserstoffgas eingeleitet. Das abgeschie-

1) Zeitschrift f. anorgan. Chemie **13**, 435.

dene Aluminiumchlorid wurde in einem Gooch'schen Tiegel auf Asbest gesammelt und mit einer durch Salzsäuregas vollkommen gesättigten Mischung von Aether und Salzsäure ausgewaschen. Zur Ueberführung des Aluminiumchlorids in Oxyd wurde dasselbe eine halbe Stunde bei 150° C. getrocknet und nach dem Ueberschichten mit etwa 1 g reinem Quecksilberoxyd zunächst langsam erhitzt und schliesslich auf dem Gebläse geglüht. Das abfiltrirte Aluminiumchlorid kann auch in Wasser gelöst und wie gewöhnlich mit Ammoniak gefällt werden.

Die mitgetheilten Beleganalysen, welche unter Anwendung von etwa 0,076 g Thonerde und 0,15 g Eisenoxyd, beide als Chlorid vorhanden, ausgeführt wurden, zeigen sehr befriedigende Ergebnisse; das Endvolumen der Flüssigkeit betrug bei diesen Versuchen 25—30 cc.

Die bei vorstehender Methode benutzte Reaction ist von F. S. Havens¹⁾ auch zur Trennung des Aluminiums vom Beryllium angewandt worden. Die concentrirte Lösung von Aluminiumchlorid und Berylliumchlorid wurde hierbei mit dem gleichen Volumen einer Mischung von gleichen Theilen starker Salzsäure und Aether versetzt und das Ganze bei 15° C. vollständig mit gasförmiger Chlorwasserstoffsäure gesättigt. Darauf wurde ein dem Volumen der ursprünglichen Chloridlösungen gleiches Volumen Aether zugefügt und auf's Neue gasförmige Salzsäure bis zur vollständigen Sättigung eingeleitet. Der so erhaltene krystallinische Niederschlag des Aluminiumchlorids wurde in einem Gooch'schen Tiegel auf Asbest gesammelt, mit einer Mischung gleicher Theile Salzsäure und Aether, die mit gasförmiger Chlorwasserstoffsäure bei 15° C. gesättigt war, gewaschen und 30 Minuten bei 150° C. getrocknet. Man überdeckte dann den Niederschlag mit einer Schicht reinen Quecksilberoxyds, erhitzte den Tiegel erst vorsichtig über einer kleinen Flamme und glühte schliesslich über dem Gebläse.

Das Beryllium kann im Filtrat nach fast vollständigem Verdampfen der Salzsäure mit Ammoniak gefällt werden. Die Umwandlung des Berylliumchlorids in das Oxyd lässt sich auch ohne Fällung leicht durch Behandlung mit Salpetersäure und darauf folgendes Glühen erreichen. In diesem Falle wird die Berylliumlösung bis gerade zur Trockne eingedampft, wobei ein weitergehendes Erhitzen vermieden werden muss, da sich sonst Berylliumchlorid verflüchtigt. Dann werden einige Tropfen

1) Zeitschrift f. anorgan. Chemie **16**, 15.

starker Salpetersäure zugesetzt, die Lösung eingedampft und der Rückstand erst gelinde, dann über dem Gebläse erhitzt.

Diese Umwandlung des Berylliumchlorids in das Nitrat kann in Platingefäßen ausgeführt werden, ohne dass diese merklich angegriffen werden, sofern man nur dafür sorgt, dass jeder Ueberschuss an Salzsäure entfernt ist, bevor man den Trockenrückstand mit Salpetersäure versetzt.

Die vorliegenden Beleganalysen, bei welchen etwa 0,1 g Aluminiumoxyd und 0,02, beziehungsweise 0,1 g Berylliumoxyd, beide als Chlorid, in Anwendung kamen, ergaben günstige Resultate; das Endvolumen der Flüssigkeit betrug bei den Versuchen 12, beziehungsweise 30 cc.

Havens¹⁾ hat die Methode weiter mit gutem Erfolg zur Trennung des Aluminiums von Zink, Kupfer, Quecksilber und Wismuth benutzt. Die Abscheidung des Aluminiums als Chlorid und die Ueberführung des letzteren in Oxyd erfolgt in ganz ähnlicher Weise wie oben beschrieben.

Die Bestimmung des Zinks geschieht am einfachsten, indem man das saure Filtrat in einer Porzellanschale vorsichtig verdampft²⁾ und das Chlorid durch wiederholtes Eintrocknen mit Salpetersäure vollständig in Nitrat überführt; das letztere wird alsdann in einem gewogenen Platintiegel zur Trockne gebracht und nach dem Glühen als Zinkoxyd gewogen. Es zeigte sich, dass das Zinkoxyd stets etwas verunreinigt war, weil die Porzellanschale bei der längeren Einwirkung der starken Säuren angegriffen wird. Um diesen Fehler auszugleichen, brachte der Verfasser bei den Resultaten eine Correctur in Abzug, deren Werth durch Ausführung eines blinden Versuchs bestimmt wurde.

Zur Bestimmung des Kupfers wurde das saure Filtrat in einer Platinschale unter Zusatz einiger Tropfen Schwefelsäure verdampft und das Kupfersulfat durch Erhitzen auf Rothgluth in Oxyd übergeführt.

Zur Bestimmung des Schwefels in Eisen und Stahl bedienen sich W. A. Noyes und L. L. Helmer³⁾ der nachstehenden Methode.

1) Zeitschrift f. anorgan. Chemie **18**, 147.

2) Da die Flüssigkeit wegen des heftigen Entweichens des Aethers und der Salzsäure leicht spritzt, ist es vorthellhaft, einen schwachen Luftstrom über die Oberfläche derselben streichen zu lassen.

3) The Journ. of the Americ. chem. Soc. **23**, 675.