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.

zu kochen und dann, nachdem derselbe krystallinisch geworden ist, die Flüssigkeit noch eine Stunde lang in einer dem Siedepunkt nahe liegenden Temperatur zu erhalten. Das Auswaschen geschieht mit heissem Wasser, das Filtrat enthält keine Spur von Mangan. Bei der Analyse von reinem, wasserfreiem, schwefelsaurem Manganoxydul, welches 46,67 Proc. Manganoxydul ($Mn = 27$) enthält, erhielten nach der beschriebenen Methode Chauvenet und Gordon in des Verf. Laboratorium bei fünf Versuchen zwischen 46,63 und 46,68 Proc., einmal 46,76 Proc. Manganoxydul; im krystallisirten Manganchlorür, welches nicht ganz frei war von mechanisch eingeschlossenem Wasser und dessen Mangangehalt nach der Chlorbestimmung 27,14 Proc. betrug, fand F. W. Clarke 27,08 und 27,07 Proc. Mangan.

Ammon oder dessen Salze beeinträchtigen die Methode ebenso wenig wie die Salze der fixen Alkalien. Das phosphorsaure Manganoxydulammon ist beinahe weiss; auf dem Filter wird es mitunter etwas röthlich. Wenn es aber eine tief dunkelrothe Farbe annimmt, so ist nicht die ganze Menge in die Ammonverbindung übergegangen. Man muss alsdann wieder in verdünnter Salzsäure lösen und das ganze Verfahren nach Zusatz einer neuen Quantität phosphorsauren Natrons wiederholen. Wenn Manganverbindungen mit solchen von alkalischen Erden vermenget sind, scheidet der Verf. das Mangan erst als Schwefelmetall oder als Superoxydhydrat nach bekannten Methoden ab.

Zur Bestimmung der Phosphorsäure ist die Manganverbindung nicht geeignet, weil sie die krystallinische Beschaffenheit, welche eine Grundbedingung für die Ausführbarkeit der Methode ist, nur bei Digestion mit einem Ueberschuss von phosphorsaurem Natron annimmt.

Die ähnlichen Verbindungen von Phosphorsäure und Ammon mit Zinkoxyd, Kadmiumoxyd, Eisen-, Nickel- und Kobaltoxydul, welche in Wasser auch vollständig unlöslich sind, fand der Verf. alle in Ammon und Ammonsalzen mehr oder weniger löslich und deshalb nicht geeignet für die Abscheidung dieser Metalle bei Analysen.

Die quantitative Bestimmung des Bleis durch Fällung der Bleisalze mit Zink. F. Stolba*) empfiehlt für manche Fälle die quantitative Bestimmung des Metallgehaltes in Bleisalzen durch Ausfällen desselben mit Zink. Er bringt die Verbindung zu diesem Zwecke mit einer genügenden Wassermenge und etwas reiner Salzsäure in ein

*) Journ. f. prakt. Chem. Bd. 101, pag. 150.