befindlichen Flüssigkeitsschichten sich nicht quantitativ trennen und eine Verunreinigung des Aethers in B herbeigeführt wird. Der Apparat lässt sich auch zum Extrahiren mit specifisch schwereren Flüssigkeiten, wie Chloroform, verwenden, indem man Spirale S in dem oberen Theil der Flüssigkeit und darüber einen Schlangenkühler anbringt. Ueber R schiebt man ein weiteres, beiderseits offenes Rohr und giesst ausserdem vor Beschickung des Ganzen etwas Extractionsmittel auf den Boden des Gefässes A.

Einen anderen, gleichfalls zum Extrahiren von Flüssigkeiten (bis zu 300 cc) dienenden Apparat, beschreibt C. A. Neufeld¹⁾. Die Vorrichtung besteht aus einem inneren und äusseren Gefäss. Letzteres ist unten verjüngt und mit dem Siedekolben, oben durch seine weite Oeffnung und Stopfen mit dem Kühler verbunden. Das innere Gefäss ist durch einen Stopfen mit Trichterrohr verschlossen; dieses besitzt an seinem unteren, beinahe zum Boden reichenden Ende eine kugelige Erweiterung mit vielen feinen Oeffnungen, durch welche das Lösungsmittel hindurch fliesst, in der zu extrahirenden Flüssigkeit aufsteigt und dann durch ein ebenfalls im inneren Gefäss befindliches, mit dem Boden desselben verschmolzenes Röhrchen in den Siedekolben zurück gelangt.

Fig. 74.

II. Chemische Analyse anorganischer Körper.

Von

H. Weber.

Zum qualitativen Nachweis des Baryums, Strontiums und Calciums benutzt E. Dumesnil²⁾ die verschiedene Löslichkeit der Erdalkalichromate in siedendem Wasser und in einer heissen, kalt gesättigten Chlorammoniumlösung.

Während Baryumchromat in siedendem Wasser und in heisser Chlorammoniumlösung nahezu unlöslich ist, wird Strontiumchromat von etwa 4000 Theilen siedendem Wasser gelöst und von einer heissen Chlorammoniumlösung unter Bildung von Strontiumchlorid und Ammoniumchromat leicht aufgenommen. Durch Dissociation des Chlorammoniums

¹⁾ Zeitschrift f. Unters. d. Nahrungs- u. Genussmittel **4**, 15.

²⁾ Annales de Chimie et de Physique (7. sér.) **20**, 125.

wird zugleich etwas Salzsäure gebildet, welche weiter eine theilweise Umwandlung des neutralen Ammoniumchromats in Bichromat veranlasst. 100 cc Chlorammoniumlösung lösen etwa 1 g Strontiumchromat. Calciumchromat verhält sich gegen kochende Chlorammoniumlösung wie Strontiumchromat, was jedoch hier kein Interesse bietet.

Bei Anwendung der Methode versetzt man die neutrale Lösung der Erdalkalichloride mit einem geringen Ueberschuss einer 10procentigen, neutralen Kaliumchromatlösung und erhitzt zum Kochen. Hierbei wird das Baryum vollständig, das Strontium zum grössten Theil und nur sehr wenig Calcium gefällt. Der Niederschlag wird abfiltrirt und in einer Porzellanschale mit etwa 30 cc einer kalt gesättigten Chlorammoniumlösung zum Kochen erhitzt, nachdem man die letztere zuvor benutzt hat, um die Wandungen des Fällungsgefässes von dem anhaftenden Niederschlag zu befreien. Man filtrirt und erhält eine vollkommen klare Lösung, welche das gesammte Strontium und die kleine mit gefallene Menge Calcium enthält, während das Baryum bis auf eine geringe Spur ungelöst zurückbleibt. Zu der kochenden Lösung fügt man alsdann Natriumcarbonat und filtrirt. Der abfiltrirte Niederschlag enthält, neben Spuren von Baryumcarbonat, Strontium- und Calciumcarbonat. Nach einmaligem Auswaschen mit Wasser löst man den Niederschlag in 20 cc 10procentiger Essigsäure und versetzt 4 cc der Lösung in einem Reagenscylinder mit 1 cc Ammoniak und 2 cc einer gesättigten Calciumchromatlösung, worauf man den oberen Theil der Flüssigkeit zum Sieden bringt. Bei Abwesenheit von Strontium bleibt die Lösung klar, da die Menge des vorhandenen Baryums zu gering ist, um als Chromat gefällt zu werden, und ebensowenig eine Abscheidung von Calciumchromat stattfinden kann. Ist dagegen Strontium vorhanden, so wird sich dasselbe, je nach der Menge, als krystallinischer Niederschlag oder als Trübung zu erkennen geben.

Dieses Verfahren gestattet den Nachweis des Strontiums in einem Gemenge von 10 Theilen Baryumchlorid, 1 Theil Strontiumchlorid und 10 Theilen Calciumchlorid in 600—700 Theilen Wasser. Dumesnil empfiehlt die Verwendung einer Lösung von Calciumchromat an Stelle von Calciumsulfat, da bei Anwendung des letzteren das in Spuren vorhandene Baryum eine Trübung durch abgeschiedenes Baryumsulfat veranlasst, welche zu Täuschungen führen kann.

Um in einer Lösung die drei Erdalkalimetalle neben einander nachzuweisen, wird man zunächst auf Baryum prüfen, indem man einen

kleinen Theil mit Strontiumchromatlösung versetzt. Ergibt sich hierbei keine Abscheidung, so prüft man einen zweiten Theil auf Strontium mit gesättigter Calciumchromatlösung. Bei Gegenwart von Baryum wird man die Prüfung auf Strontium nach obiger Methode vornehmen.

Zum Nachweis des Calciums kann man die Flüssigkeit mit einer Lösung von Strontiumoxalat in 20 procentiger Essigsäure prüfen. Diese Lösung fällt Baryumlösungen nicht, sie gibt dagegen selbst mit sehr verdünnten Calciumlösungen eine deutliche Fällung.

Zur Bestimmung des Zinks wird von W. Herz¹⁾ eine neue Methode mitgetheilt, welche darauf beruht, dass Zinksalzlösungen durch Dimethylamin unter Abscheidung von Zinkhydroxyd quantitativ gefällt werden. Auch Methylamin bewirkt in Zinklösungen eine Fällung; das abgeschiedene Hydroxyd löst sich jedoch in Folge Bildung complexer Verbindungen in einem Ueberschusse von Methylamin, sodass die Verwendung des letzteren als Fällungsmittel für Zink ausgeschlossen ist.

Die Ausführung einer Bestimmung geschieht in folgender Weise: Das in Wasser gelöste Zinksalz wird mit wässriger Dimethylaminlösung im Ueberschuss versetzt und zwei Stunden in der Kälte stehen gelassen. Es empfiehlt sich keinen zu grossen Ueberschuss des Fällungsmittels anzuwenden oder denselben durch Erhitzen zu entfernen, da sonst leicht etwas zu niedrige Zahlen erhalten werden. Der Niederschlag wird abfiltrirt, gewaschen und getrocknet. Nach dem Trocknen wird der Niederschlag sorgfältig vom Filter gebracht, das Filter verascht und Filterasche sammt Niederschlag kurze Zeit über dem Teclu-Brenner geglüht.

Der Verfasser erhielt bei reinem Zinkvitriol unter sich und mit dem theoretischen Gehalt gut übereinstimmende Zahlen. Die Methode erscheint wesentlich einfacher und vortheilhafter als die Fällung des Zinks mit Schwefelwasserstoff oder kohlsaurem Natron. Der hohe Preis des Dimethylamins, welcher der grösseren Anwendbarkeit der Methode vielleicht entgegensteht, kommt nicht sonderlich in Betracht, weil das Amin nach dem Filtriren des Niederschlags aus dem Filtrate durch Destillation mit Natronlauge wiedergewonnen werden kann.

Zur quantitativen Bestimmung des Magnesiums wurde die vorstehende Methode von W. Herz und K. Drucker²⁾ benutzt. Eine

1) Zeitschrift f. anorgan. Chemie **26**, 90.

2) Zeitschrift f. anorgan. Chemie **26**, 347.