leichtert. Man stellt den Tiegel in eine flachbodige Porzellanschale, bringt jenen in geneigte Lage und giesst so, unbekümmert um mitausfliessende Niederschlagstheile, ab. Nach jedesmaligem äusserlichem Abspülen mit der Lösungsflüssigkeit wiederholt man die Decantation nach Digestion auf dem Wasserbad einige Male. Die in die flachbodige Schale mit übergegangenen Niederschlagstheile setzen sich darin nicht nur un-
gemein leicht ab, sondern lassen sich auch durch leichtes Schwenken und Neigen nach der Ausgussseite zu auf einen sehr kleinen Raum in der Schalenkante zusammenspülen, dort noch etwas mit Schwefelkohlenstoff-Chloroform auswaschen und damit in den Tiegel zurückbringen. Das nun ganz — oder fast ganz — von freiem Schwefel befreite Sulfid wird in bekannter Weise in »antimonsaures Antimonoxyd« verwandelt und als solches zur Wägung gebracht.

Berggewerkschaftliches Laboratorium. Bochum, März 1887.

Die Jodidbeschläge vor dem Löthrohr.

Von

Wheeler und Luedeking.

Unsere Versuche über die Erzeugung von Jodidbeschlägen vor dem Löthrohr*) haben wir in der letzten Zeit vervollständigt und erlauben uns die gemachten Erfahrungen, wie wir sie kürzlich in den Transactions of the St. Louis Academy of Science Vol. IV, No. 4 veröffentlicht haben, nachstehend mitzuthemen.

Bekanntlich hatte zuerst Dr. E. Haanel in dem Proc. Royal Soc. Can. in 1883**) die Anwendung der Jodwasserstoffsäure zur Erzeugung der Jodidbeschläge mittelst des Löthrohres auf »Plaster of Paris«-Täfelchen empfohlen.

Man erhält so die schon längst von Bunsen beschriebenen, aber auf andere Weise erhaltenen und in die analytische Chemie eingeführten Jodidbeschläge.

Es gelang uns vortreffliche Resultate mittelst der von Haanel beschriebenen Methode zu erhalten und möge hier bemerkt sein, dass die in der Chemiker-Zeitung Band 9, pag. 942 von J. Schnauss bezüglich der Ausführung der Methode angegebenen Verbesserungen nicht

*) Vergl. diese Zeitschrift 24, 576.

**) Vergl. diese Zeitschrift 24, 576.

zutreffend sind und augenscheinlich auf einem Missverständnisse beruhen. Wir bemerken deshalb, dass nicht die natürlichen Gypsplättchen zu verwenden sind, sondern selbstbereitete, auf einer schwach geölten Glasplatte ausgegossene und erstarrte »Plaster of Paris«-Täfelchen.

Wir glaubten im Verlaufe unserer Versuche ein Substitut für die nur umständlich herzustellende Jodwasserstoffsäure in einer gesättigten alkoholischen Lösung von Jod gefunden zu haben. In der That war es möglich mittelst dieses leicht zu bereitenden Reagenses die Beschläge in ausgezeichneter Weise zu erhalten.

Weiter schien es uns nun sehr erwünscht, anstatt des flüssigen Reagenses ein festes zu substituiren, da Flüssigkeiten unter den Löthrohrreagentien eigentlich möglichst wenig vertreten sein sollten.

Es fand sich nun, dass ein zusammengeschmolzenes und dann pulverisirtes Gemisch von etwa 40 % Jod und 60 % Schwefel allen Anforderungen zur Erzielung der Jodidbeschläge vor dem Löthrohr in ausgezeichneter Weise genügt.

Indem wir somit das Ziel, das wir erstrebt, nämlich die Einführung eines festen, leicht darstellbaren Reagenses in den Löthrohrkasten zur Erzeugung der Jodidbeschläge erreicht, halten wir unsere Arbeit vor der Hand für abgeschlossen.

Zur Erzeugung der Jodidbeschläge vor dem Löthrohr mittelst des Jodschwefels verfährt man nun folgendermaassen: Man mischt die zu untersuchende Substanz mit etwa gleicher Menge des Jodschwefels und erhitzt in der oxydirenden Flamme des Löthrohres auf den »Plaster of Paris«-Täfelchen ganz wie in der gewöhnlichen Löthrohrprobe. Es entstehen dann die Jodidbeschläge in ihren charakteristischen, grösstentheils brillanten Farben als Anflüge.

Die Farben der gewöhnlicheren Jodidbeschläge sind:

Arsen — orangeroth,

Blei — chromgelb,

Zinn — bräunlich-gelb,

Silber — heiss hellgelb; kalt schwach gräulich-gelb,

Antimon — orangeroth,

Quecksilber — scharlachroth und gelb, die rothe Farbe geht nach einiger Zeit in gelb über,

Selen — röthlich-braun,

Tellur — purpur-braun,

Wismuth — chocoladebraun, an den heisseren Stellen roth gerändert,

Kobalt — gräulich-braun, grün gerändert; die braune Farbe geht nach einiger Zeit in grün über,

Molybdän — ultramarinblau (Mo_2O_5),

Wolfram — schwach grünlich-blau (Wo_2O_5),

Kupfer — weiss,

Cadmium — weiss,

Zink — weiss; sehr flüchtig.

Zur Erkennung der drei letzten Beschläge ist es nöthig, die Gyps-Unterlage vorher anzurussen, da man andernfalls die Beschläge natürlich übersehen würde. Die Löthrohrflamme färbt sich bei Gegenwart von Kupfer grün. Man kann diese weissen Jodidbeschläge mittelst Anblasens mit Schwefelammonium leicht unterscheiden, da sie hierdurch in die entsprechenden Sulfide umgewandelt werden. Der Wismuthbeschlag wird durch Anblasen mittelst Ammons prächtig scharlachroth. Zinn und Zink lassen sich leicht durch Erzeugung ihrer Jodidbeschläge von einander unterscheiden.

Mittelst der Jodidbeschlagmethode lassen sich complicirte Substanzen nicht so gut wie nach der alten Oxydbeschlagmethode analysiren und deshalb kann diese neue Methode unserer Meinung nach die alte nicht ersetzen. Aber zur Vervollständigung der alten Methode und zur Anwendung neben dieser, hauptsächlich aber zur Erkennung geringer Spuren, wird sich diese neue Methode als unentbehrlich erweisen.

Laboratory Washington University St. Louis U. S. A.

Indirecte Bestimmung der Alkalien, insbesondere bei Gegenwart von Lithion.

Von

K. Kraut.

Der Bericht über die Trennung des Natrons und Kalis vom Lithion durch Behandeln der Chloride mit Amylalkohol nach Gooch, welchen das 3. Heft dieser Zeitschrift*) enthält, veranlasst mich, auf eine Form der indirecten Bestimmung der Alkalien aufmerksam zu machen, die in meinem Laboratorium wiederholt und namentlich bei der Untersuchung des pyrophosphorsauren Lithions, Lithionnatrons und Lithionkalis von M. Nahnsen und E. Cuno**), sowie bei der des metaphosphorsauren Lithions von G. Merling***) mit Nutzen angewandt worden ist.

*) Diese Zeitschrift **26**, 354.

) Ann. d. Chemie **182, 165.

***) Diese Zeitschrift **18**, 563.