schlag eben anfängt einen violetten Stich zu bekommen. Auf diese Weise erreicht man leicht eine vollständige Fällung der Thonerde.

Das Abfiltriren und Auswaschen der Thonerdeniederschläge bewirkt Ziegler unter Anwendung einer sehr einfachen Saugvorrichtung in folgender Weise:

Eine gewöhnliche starkwandige Wasserflasche wird mit Wasser fast vollständig gefüllt und mit einem doppelt durchbohrten Gummistopfen verschlossen, durch dessen eine Bohrung eine oben rechtwinklig gebogene Röhre fast bis auf den Boden der Flasche reicht. Bei beginnendem Absaugen wird über das obere Ende dieses Rohres ein mit Wasser gefüllter Gummischlauch geschoben, welcher in ein grösseres, zum Theil mit Wasser gefülltes Gefäss herabhängt. In die zweite Bohrung des Stopfens setzt man den Trichter mit anliegendem doppeltem Filter ein.

Bei der Analyse von Aluminiumstahl kann man in derselben Weise verfahren wie bei dem Ferroaluminium, nur müssen etwa 5 bis 10 g in Arbeit genommen werden. Da sich jedoch Stahlbohrspäne nicht sehr leicht durch Schmelzen mit Natriumbisulfat zersetzen, kann man den Stahl auch in Salzsäure lösen, die Kieselsäure durch Eindampfen zur Trockne abscheiden, mit verdünnter Salzsäure aufnehmen und das Filtrat ebenso weiter behandeln wie zuvor die Schmelzlösung.

Nach Ziegler ist im Aluminiumstahl, auch wenn er nach der Fabrikation einen Gehalt von einigen Zehntel Procenten Aluminium besitzen sollte, häufig doch Aluminium nicht mehr nachweisbar, da dasselbe durch Oxydation in dem geschmolzenen Stahl vollständig verschlacken kann. Man darf daher nicht die Methode für unbrauchbar halten, wenn in solchen Fällen bei richtigem Arbeiten übereinstimmende, aber negative Resultate erzielt werden.

Zur Bestimmung des Chlors in Gemengen von Chloriden und Jodiden der Alkalien theilen F. A. Gooch und F. W. Mar*) eine Methode mit, welche in vielen Fällen den bisher gebräuchlichen vorzuziehen ist.

Eine wässrige Lösung von Chlornatrium oder Chlorkalium kann, mit Schwefelsäure versetzt, unter gewissen Bedingungen bis zu einem bestimmten Punkte eingekocht werden, ohne dass ein merklicher Verlust an Chlorwasserstoffsäure stattfindet. Wird eine Jodkaliumlösung mit Schwefelsäure und einem Eisenoxydsalz versetzt und hierauf bis zu einer

*) American Journal of Science **39**, 293; von den Verfassern eingesandt.

gewissen Concentration eingekocht, so entweicht das Jod, welches nach der Gleichung:

aus der zunächst entstandenen Jodwasserstoffsäure frei wird, nicht vollständig, wenn dasselbe in grösserer Menge vorhanden ist. Sobald man jedoch der Jodkaliumlösung Salpetersäure zufügt, wodurch das reducirte Eisensalz sofort wieder oxydirt wird, verflüchtigt sich beim Einkochen das Jod vollständig. Anstatt durch ein Eisenoxydsalz bei Anwesenheit von Salpetersäure kann das Jod auch durch salpetrige Säure in Freiheit gesetzt und alsdann durch Einkochen ausgetrieben werden.

Durch zahlreiche Versuche haben die Verfasser die genannten Reactionen studirt und in folgender Vorschrift die Bedingungen festgestellt, unter welchen es möglich ist, das Jod aus einer Lösung zu entfernen, ohne dass gleichzeitig vorhandene Chloride eine bestimmbare Menge Chlor verlieren.

Man bringt die Lösung, welche Chloride und Jodide der Alkalien enthält, in einen etwa ein Liter fassenden Erlenmeyer'schen Kolben und verdünnt auf ungefähr 400 cc; hierzu fügt man 10 cc Schwefelsäure (1 Volumen concentrirte Schwefelsäure und 1 Volumen Wasser), 2 g schwefelsaures Eisenoxyd (entweder in Form von Eisenalaun oder von schwefelsaurem Eisenoxydul, welches man zuvor in concentrirter Lösung mit 0,3 cc Salpetersäure oxydirt hat) und 3 cc Salpetersäure von 1,40 specifischem Gewicht. Zur Vermeidung mechanischer Verluste beim Sieden hängt man in den Hals des Kolbens lose eine gerade, zweikugelige Chlorcalciumröhre ein, welche man hinter der inneren Kugel abgeschnitten hat. Man kocht nun die Lösung so lange, bis sich in den entweichenden Wasserdämpfen kein Jod mehr nachweisen lässt. Um letzteres unter den gegebenen Verhältnissen am besten zu erkennen, empfehlen die Verfasser die Anwendung des rothen Lackmuspapiers. Enthalten die Wasserdämpfe nur Spuren von Jod, so nimmt das rothe Lackmuspapier eine graublaue Farbe an, während bei grösseren Mengen von Jod eine lavendelblaue Farbe hervorgerufen wird. Diese Reaction ist eben so empfindlich wie charakteristisch.

Zeigt das den Wasserdämpfen zwei Minuten lang ausgesetzte Lackmuspapier nicht mehr die charakteristische, graublaue Farbe, welche auf Spuren von Jod deutet, so gibt man nochmals 1 cc Salpetersäure zu und überzeugt sich durch erneute Prüfung von der Abwesenheit des Jods in

den bei dem Kochen entweichenden Dämpfen. In der Lösung bestimmt man alsdann das Chlor in bekannter Weise mit salpetersaurem Silberoxyd.

Zieht man anstatt des Eisenoxydsalzes die Anwendung der salpetrigen Säure vor, so verfährt man folgendermaassen: Die Lösung der Chloride und Jodide bringt man in einen Erlenmeyer'schen Kolben und verdünnt dieselbe auf etwa 400 cc. Nach Zufügen von 10 cc Schwefelsäure (1 : 1) leitet man unter Umschwenken einen mässigen Strom von salpetriger Säure ein. Letztere entwickelt man aus 2 g Natriumnitrit und verdünnter Schwefelsäure. Weniger empfiehlt es sich, die Lösung direct mit Natriumnitrit zu versetzen, da dieses Salz häufig durch Chloride verunreinigt ist. Die Lösung wird jetzt erhitzt und so lange im Sieden erhalten, bis dieselbe farblos geworden ist und ein den entweichenden Wasserdämpfen ausgesetztes rothes Lackmuspapier nach zwei Minuten keine Jodreaction mehr zeigt. In der Lösung bestimmt man dann, wie oben, das Chlor.

Die Verfasser untersuchten mit gutem Erfolg Mischungen von etwa 0,5 g Chlorkalium und 1 g Jodkalium.

Zur Bestimmung des Jods in Haloidsalzen schlagen F. A. Gooch und P. E. Browning*) eine neue Methode vor. Starke Schwefelsäure setzt bekanntlich aus Jodiden das Jod in Freiheit, indem die Schwefelsäure reducirt wird; bei dem Verdünnen mit Wasser geht jedoch das freie Jod wieder in Jodwasserstoffsäure über und die Schwefelsäure wird zurückgebildet. Sobald man die erste Reaction in Gegenwart einer Substanz vornimmt, welche durch die entstehenden Reductionsproducte der Schwefelsäure leicht desoxydirt wird, vollzieht sich die Umsetzung rascher und vollständiger, da die Schwefelsäure sofort wieder regenerirt wird. Hierbei wäre dann die Möglichkeit gegeben, das Jod indirect zu bestimmen, wenn man das in Freiheit gesetzte Jod durch Erhitzen entfernen und in der rückständigen Lösung die Menge der reducirten Substanz feststellen würde. Die letztere darf selbstverständlich weder flüchtig sein, noch die Neigung haben, sich leicht wieder zu oxydiren. Als eine für den genannten Zweck vollkommen geeignete Substanz erwies sich die Arsensäure.

Die Verfasser versetzten eine Jodkaliumlösung mit einer Lösung von saurem arsensaurem Kali (KH_2AsO_4) und einer bestimmten Menge verdünnter Schwefelsäure (1 Volum concentrirte Schwefelsäure und 1 Volum

*) American Journal of Science **39**, 188; von den Verfassern eingesandt.