III. 0,105 Grm. kohlensaurer Kalk gaben 21,8 CC. bei 20° C. und 732 Mm. Barometerstand. Absorption = 4,96 CC., zusammen 26,76 CC. zu 1,72305 Milligramm gibt 46,1088 Milligramm = 43,91 Proc. statt 44,0.

Stickstoffbestimmung.

1,2500 Grm. Chlorammonium wurden in Wasser zu 125 CC. Flüssigkeit aufgelöst.

I. 5 CC. dieser Lösung gaben bei 23° C. und 724 Mm. Barometerstand 12,0 CC. Stickgas. Absorption = 0,33 CC., zusammen 12,33 CC. — 1 CC. Stickgas wiegt unter diesen Umständen 1,07226 Milligramm, 12,33 CC. wiegen somit 13,2209, gleich 26,44 Proc. anstatt 26,19 Proc.

II. 10 CC. derselben Lösung gaben bei 20° C. und 750 Mm. Barometerstand 22,80 CC. Stickgas. Absorption 0,61 CC., zusammen 24,12 CC. zu 1,12867 Milligramm gleich 26,42 Milligramm, gleich 26,42 Proc. anstatt 26,19.

Dieselbe Genauigkeit zeigten die mit Aluminium zum Behufe der Salpetersäurebestimmung angestellten Versuche.

Analyse des Niederschlags, welcher beim Kochen einer mit kohlensaurem Ammon übersättigten Lösung eines Uranoxydsalzes entsteht.

Von

Aug. Souchay.

Mitgetheilt von **R. Fresenius.**

Die Thatsache, dass der Niederschlag, welchen kohlensaures Ammon in Uranoxydsalzlösungen erzeugt, sich bei Ueberschuss des Fällungsmittels wieder löst, während diess bei Eisenoxyd, Thonerde etc. nicht der Fall ist, dient bekanntlich als Grundlage mancher analytischen Trennungsmethoden, — und die weitere, dass aus der Lösung des kohlensauren Uranoxyd-Ammons in kohlensaurem Ammon beim Sieden das

Uran sich fast vollständig in Gestalt eines schön gelben, beim Glühen Uranoxyduloxyd hinterlassenden Niederschlages ausscheidet, als einfaches Mittel zur Darstellung reiner Uranpräparate.

Da man somit beim Arbeiten mit Uran oft in die Lage kommt, die genannte Lösung und den daraus beim Kochen entstehenden Niederschlag darzustellen, so ist es gewiss auffallend, dass die Angaben über die Zusammensetzung des letzteren so sehr widersprechend sind.

Während Arfvedson angibt, der Niederschlag sei Uranoxyd mit wenig Ammoniak und Kohlensäure, ist er nach Peligot Uranoxyd-Ammoniak und nach Ebelmen Uranoxydhydrat, welches noch 2 Proc. Ammoniak aber keine Kohlensäure enthält.

Um diese Widersprüche aufzuklären, habe ich Herrn Aug. Souchay gebeten, den Niederschlag einer neuen Untersuchung zu unterwerfen und derselbe hat die Analyse mit grosser Sorgfalt ausgeführt. Zuerst mag bemerkt werden, dass der Niederschlag, so oft man denselben auch darstellen mochte, auch nach bestem Auswaschen beim Auflösen in Salzsäure stets eine zwar nicht bedeutende aber doch höchst deutliche Kohlensäureentwicklung bemerken liess.

Der reine Niederschlag wurde im Exsiccator bei gewöhnlicher Temperatur vollkommen getrocknet und auf folgende Art analysirt.

1. Bestimmung des Uranoxyds und der Kohlensäure.

Um diese beiden Bestandtheile in einer Operation zu bestimmen wurde die in einem Porzellanschiffchen enthaltene Substanz in einer kurzen, hinten zu einer Spitze ausgezogenen Röhre von schwer schmelzbarem Glase vorsichtig und so erhitzt, dass sich in der Glasröhre kein Wasser ansammeln konnte. Zuletzt steigerte man die Erhitzung so stark, dass bezüglich vollständiger Ueberführung der Verbindung in Uranoxyduloxyd ein Zweifel nicht bleiben konnte. Die entweichenden Gase passirten zuerst eine kleine U-förmige Röhre, welche mit concentrirter Schwefelsäure benetzte Glassplitter enthielt, dann eine gleich gestaltete aber Natronkalk enthaltende Röhre. Nach Beendigung des Glühens wurde die Spitze der Röhre abgebrochen, etwas trockne und kohlenstofffreie Luft durch den Apparat gesaugt und nach dem Erkalten das erhaltene Uranoxyduloxyd wie die Zunahme der Natronkalkröhre bestimmt.

Die Bestimmung der Gewichtszunahme der Schwefelsäureröhre war ohne Belang, da dieselbe nicht nur das Wasser der Substanz, sondern auch solches aufgenommen hatte, welches aus Wasserstoff des Ammoniaks

und dem vom Uranoxyd abgegebenen Sauerstoff stammte, und ausserdem einen Theil unzersetzten Ammoniaks.

a) 0,744 Grm. Substanz lieferten 0,6085 Grm. Uranoxyduloxyd und 0,0200 Grm. Kohlensäure.

b) 0,8206 Grm. lieferten 0,6707 Grm. Uranoxyduloxyd und 0,0200 Grm. Kohlensäure.

Somit enthielt der Niederschlag

	Nach a.		Nach b.		Im Mittel.
Uranoxyd	83,33	—	83,28	—	83,31
Kohlensäure	2,68	—	2,43	—	2,56
Wasser und Ammoniak	13,99	—	14,29	—	14,13
	100,00		100,00		100,00.

2. Bestimmung des Ammoniaks.

a. Man erhitzte die abgewogene Menge der Substanz in einem kleinen Kolben mit reiner Natronlauge, fing das ausgetriebene Ammoniak in Salzsäure auf, führte den gebildeten Salmiak in Ammoniumplatinchlorid über und wog das daraus durch Glühen erhaltene Platin.

1,4781 Grm. lieferten 0,2119 Grm. Platin, entsprechend 2,46 Proc. Ammoniak.

b. 1,1122 Grm. lieferten 0,1699 Grm. Platin, entsprechend 2,62 Proc. Ammoniak.

c. 0,4008 Grm. Substanz wurden in ganz wenig starker Salzsäure gelöst, dann Platinchlorid und eine reichliche Menge absoluten Alkohols zugesetzt. Nach längerem Stehen filtrirte man das ausgeschiedene Ammoniumplatinchlorid ab und wog das bei 100° C. getrocknete. Man erhielt 0,1366 Grm. entsprechend 2,59 Proc. Ammoniak.

Im Mittel der 3 Analysen beträgt somit der Gehalt an Ammoniak 2,56 Proc.

Zieht man diesen Gehalt ab von dem zuvor für Wasser und Ammoniak erhaltenen Mittelwerth, so bleibt für Wasser 11,57 Proc.

Die Zusammensetzung des Salzes ist alsdann entweder

Uranoxyd	83,31
Kohlensäure	2,56
Ammoniak	2,56
Wasser	11,57
	<hr/> 100,00.

oder in anderer Darstellung		(Sauerstoffgehalt.)	
Uranoxyd	83,31	—	13,91
Kohlensäure	2,56	—	1,86
Ammoniumoxyd	3,91	—	1,20
Wasser	10,22	—	9,08
		<hr/> 100,00.	

Sonach kann der Niederschlag betrachtet werden als bestehend aus kohlenurem Uranoxydammon, Uranoxyd-Ammon und Uranoxydhydrat in folgenden Verhältnissen:

Eine diese Verbindungen in den angegebenen Verhältnissen enthaltende Substanz besteht nämlich in 100 Theilen aus

Uranoxyd	83,08
Kohlensäure	2,54
Ammoniumoxyd	4,00
Wasser	10,38
<hr/> 100,00,	

welche Zusammensetzung mit der oben gefundenen sehr nahe übereinkommt.

Ueber die Bestimmung der Phosphorsäure im Phosphorit nebst Mittheilung der Analysen des Phosphorits und Staffelits aus dem Lahnthal.

Von

R. Fresenius.

Seit der Phosphorit in immer grösseren Mengen zur Darstellung von Superphosphat angewandt wird, ist die Bestimmung der Phosphorsäure in Phosphoriten eine sich oft wiederholende Aufgabe der analytischen Laboratorien geworden. Obgleich nun dieselbe seit genauer Ermittlung der Umstände, unter denen die salpetersaure Lösung des molybdänsauren Ammons die Phosphorsäure vollständig ausfällt, (vergl. diese Zeitschr. 3. S. 446) keine besonderen Schwierigkeiten bietet, so lehrt doch die Erfahrung, dass die von verschiedenen Chemikern bei Analyse einer und derselben gepulverten Probe erhaltenen Resultate nicht immer