man rechnet von da ab noch 5—10 Minuten Erhitzungsdauer im Kohlensäurestrom bei möglichst tief gestelltem Lämpchen.

Als Absorptionsflüssigkeit benutzt man eine natronalkalische Hydrazinsulfatlösung von 3—4 g Ätznatron mit 2—3 g Hydrazinsulfat auf 250 *ccm* Wasser; von dieser Lösung kommen 50 *ccm* in die Kugeltreppe. Die Natronlösung ist an Stelle der Ammonlösung deshalb gewählt, weil sich das Silberbromid in seinen Löslichkeitsverhältnissen Hydrazin- und Ammonsalzen gegenüber nicht so unempfindlich erwies wie Silberjodid. Die gesammelten Flüssigkeiten versetzt man mit 25 *ccm* konzentrierter Salpetersäure und fällt unmittelbar hierauf die Bromwasserstoffsäure durch Zufügen einer Lösung von 1—1,5 g Silbernitrat.

Es ist zu beachten, dass die rückständige Lösung von Natriumchlorid vor ihrer Fällung mit Silbernitrat stark mit heissem Wasser verdünnt und mit 15–20 *ccm* konzentrierter Salpetersäure versetzt werden muss, um das Mitfällen von Silbersulfat wirksam zu verhüten.

In Betreff der Silberhalogenidwägungen macht Jannasch darauf aufmerksam, dass Asbest gegen Säuren nicht absolut unempfindlich zu machen ist, und man daher — um möglichst wenig Asbest zu brauchen — die Niederschläge am besten in Asbestfilterröhren sammelt. Der Verfasser benutzt eine Ausfüllung derselben mit Platinwolle in dem untersten Teil und darüber eine möglichst niedrige Asbestschicht. Filtriert man durch Papier, so kann das Auswaschen ohne Trübedurchlaufen durch warme Salpetersäure (1 : 5) geschehen, welche man zuletzt durch Nachwaschen mit 40—50-prozentigem Alkohol verdrängt. Bei der Regeneration der Filteraschen ist namentlich die zu verwendende Jodwasserstoffsäure vorerst auf ihre Reinheit zu prüfen, erforderlichenfalls lässt sich auch Jodwasser, beziehungsweise Bromdampf, verwenden. Der Verfasser behandelt das Gesamt-Bromsilber vor seinem endgültigen Erhitzen bis zur Anschmelze stets mit Bromdampf und erhitzt das Jodsilber am Ende nur bis zum Sintern.

Die mitgeteilten Analysenresultate zeigen, dass die Halogentrennung mit Wasserstoffsuperoxyd brauchbare Resultate liefert. Nur die Werte für das Bromid wurden etwas zu niedrig gefunden, bei einer Einwage von etwa 0,33 g Kaliumbromid ergab sich eine Minus-Differenz von 1,8—4,0 *mg* Kaliumbromid.

Zur quantitativen Bestimmung der Chlorate, Bromate, Jodate und Perjodate mit Hilfe von Formaldehyd, Silbernitrat und Kaliumpersulfat geben H. Brunner und R. Mellet¹⁾ eine Vorschrift, durch

¹⁾ Journ. f. prakt. Chemie 77, 33.

welche ein früherer Vorschlag Brunner's¹⁾ etwas abgeändert wird. Ungefähr 0,1 g des Salzes wird in 20 ccm Wasser in einem Becherglase, das während der Reaktion mit einem Uhrglase bedeckt ist, gelöst, mit 10—20 ccm $\frac{1}{10}$ -Normalsilbernitratlösung, 5 ccm Salpetersäure von 1,4 spezifischem Gewicht, 1 g Kaliumpersulfat und 1 g Formaldehyd erwärmt. Für Jodate und Perjodate sind 2 g Persulfat und 5 ccm Formaldehyd erforderlich. Zur Chlorbestimmung genügt die Wärme des Wasserbads, für Bromate, Jodate und Perjodate erhitzt man über einer kleinen Flamme bis zur vollständigen Oxydation des Aldehyds, die am Verschwinden des Geruches erkannt wird. Man lässt erkalten, versetzt mit einigen Kubikzentimetern Eisenaunlösung und titriert das überschüssige Silbernitrat mit Kaliumsulfocyanatlösung.

Die Methode ist eben so einfach als rasch ausführbar, und die Resultate lassen nichts zu wünschen übrig. Welche Wirkung das Persulfat bei der Reaktion ausübt, lässt sich nicht mit Sicherheit erkennen, da sich die Phasen der Reaktion nur schwer verfolgen lassen. Die Verfasser versuchen eine Erklärung zu geben, auf welche hier jedoch nicht eingegangen werden kann.

Die maßanalytische Bestimmung des Kaliums als Kaliumkobaltinitrit ist zuerst von R. H. Adie und T. B. Wood²⁾ vorgeschlagen worden. Das von denselben angegebene Verfahren ist das folgende. Die das Kalium enthaltende Lösung wird mit Essigsäure angesäuert und mit einem Überschuss von Natriumkobaltinitrit gefällt. Nach längerem Stehen wird der Niederschlag auf ein Asbestfilter gebracht, mit 10-prozentiger Essigsäure ausgewaschen und letztere durch Wasser verdrängt. Hierauf wird der Niederschlag mit verdünnter Natronlauge gekocht, das Kobalthydroxyd abfiltriert und im Filtrate werden die dem vorhandenen Kali entsprechenden Nitrite durch Titration mit Permanganat bestimmt. Da die Zusammensetzung des Niederschlags der Formel $K_2NaCo(NO_2)_6 \cdot H_2O$ entspricht, ist 1 ccm einer $\frac{1}{10}$ -Normal-Kaliumpermanganatlösung 0,000785 g K_2O äquivalent.

Diese Methode ist von W. A. Drushel³⁾ wesentlich vereinfacht und in folgender Weise abgeändert worden. Die Lösung des Kaliumsalzes, die nicht mehr als 0,2 g K_2O enthält und frei von Ammonsalzen ist, wird mit einem ziemlich grossen Überschuss einer Lösung von Natriumkobaltinitrit versetzt, mit Essigsäure angesäuert und

1) Schweiz. Wochenschr. f. Chem. u. Pharm. 1904, S. 225.

2) Journal of the Chem. Society 77, 1076.

3) American Journ. of Science 24. 433.