hitzen mit einer ausreichenden Menge Bromwassers vom Jod zu befreien, die Flüssigkeit zur Trockne zu verdampfen, 0,1 Grm. des Rückstandes zu lösen, mit Silberlösung von bekanntem Gehalt zu titriren und das Resultat mit demjenigen zu vergleichen, welches sich ergeben muss; falls die Substanz reines Bromkalium ist. R. Fittig bemerkt hierzu ganz richtig, dass diese Methode nur dann ein genaues Resultat liefern könne, wenn das Bromkalium keine anderen Salze enthalte.

Ueber die volumetrische Bestimmung des Jods in der Jodsäure, der Ueberjodsäure und den Salzen beider. C. Rammelsberg *) hat für diesen Zweck die von R. Bunsen **) empfohlene Methode der Behandlung mit rauchender Salzsäure ($J_2O_5 + 10 HCl = 4 Cl_2 + 2 JCl + 5 H_2O$; — O = 16) und Bestimmung des frei werdenden Chlors durch dessen Aequivalent Jod, nach den bereits von H. Rose ***) hierüber gemachten Andeutungen, dahin abgeändert, dass er Jodkalium und verdünnte Schwefelsäure anwendet ($J_2O_5 + 10 HJ = 6 J_2 + 5 H_2O$; $J_2O_7 + 14 HJ = 8 J_2 + 7 H_2O$) und das ausgeschiedene Jod mit unterschwefligsaurem Natron bestimmt. Er führt zur Illustrirung der Brauchbarkeit der Methode die nachstehenden Resultate einiger Analysen an.

Krystallisirtes Jodsäureanhydrid, frei von Schwefelsäure und vollkommen flüchtig, gab 74,8—75,8 und 77,2 statt 76,05 pCt., jodsaures Kali 59,46 und 59,50 statt 59,35 pCt., jodsaures Natron, aus krystallisirtem mit 1 Mol. Wasser, durch Trocknen bei 200° erhalten, 63,82—63,85—64,22 und 64,28 statt 64,14 pCt. Jod.

Zur Prüfung auf Lithion. St. D. Poole †) empfiehlt bei der Prüfung von Silicaten auf Lithion mit Hülfe des Löthrohrs dem zum Aufschliessen anzuwendenden Gyps eine aequivalente Menge Fluorcalcium zuzufügen (ungefähr 2 Gwth. Gyps und 1 Gwth. reinen Flussspath), welches Gemenge vor dem reinen Gyps leichte Schmelzbarkeit voraus habe, an und für sich nur eine sehr schwache dunkelrothe Flammenfärbung gebe und die charakteristischen Farben, welche andere Substanzen den Flammen ertheilen können, in sehr schöner, bestimmter Weise hervortreten lasse.

Ueber die Trennung der Magnesia vom Kalk. H. Oeffinger ††) macht den Vorschlag, die Thatsache, dass Chlormagnesium in einem

*) Poggendorff's Ann. Bd. 135. p. 493.

**) Volumetrische Meth. p. 37.

***) Traité complet Bd. 2. p. 839.

†) Scientific. American durch Dingler polyt. Journ. 191. p. 82.

††) Schweizer. Wochenschr. f. Pharm. 1868. p. 265.

Strome von trockenem Sauerstoff erhitzt sein Chlor bis auf eine ganz geringe, auch beim Glühen nicht wegzubringende Spur verliert, während Chlorcalcium, wenigstens in der Temperatur, bei welcher die Magnesiumverbindung zersetzt wird, keine Veränderung erleidet, zur Trennung von Magnesia und Kalk anzuwenden, wenn dieselbe durch einen grossen Ueberschuss von ersterer im Verhältniss zum Kalk erschwert ist. — Der Verf. verfährt dabei folgendermaassen: Die salzsaure Lösung wird in eine an ihren Enden aufwärts gebogene Verbrennungsröhre gebracht und letztere durch den einen, nochmals nach Aussen umgebogenen und dünner ausgezogenen Schenkel zunächst mit einer Chlorcalciumröhre und sodann mit einem Liebig'schen Kaliapparat in Verbindung gesetzt. Am anderen Ende des Apparates ist eine Waschflasche und daran ein Wasser enthaltender Aspirator angebracht, von denen erstere nur die Bestimmung hat die Beobachtung der Geschwindigkeit des durch die Glasröhre gesaugten Luftstromes zu ermöglichen. Diese Röhre selbst wird nun so in ein Oelbad gesenkt, dass über ihrem Inhalt ein kleiner freier Raum für den Durchgang der Luft bleibt und nichts von derselben mit in die Waschflasche fortgeführt werden kann. Man erhitzt das Oelbad anfangs auf 100°, später auf 200° und lässt langsam Luft (statt reinen Sauerstoffs) über den Inhalt des Glasrohrs streichen, welche anfangs Wasserdampf und Salzsäure, später freies Chlor aufnimmt. Nach einigen Stunden ersetzt man das Oelbad durch die Gasflamme. Ist so nach andauernder Erhitzung die Zersetzung des Chlormagnesiums beendet, so wird der Inhalt der Röhre wiederholt mit heissem Wasser ausgelaugt, das Filtrat eingedampft, mit Salmiak versetzt und der Kalk mit kohlen saurem Ammon gefällt. Der Niederschlag wird zur Entfernung von geringen Magnesiagemengen wieder in Salzsäure gelöst und abermals in gleicher Weise niedergeschlagen. Die in der Röhre bleibende Magnesia wird nach dem Auflösen in Salzsäure in der gewöhnlichen Weise als pyrophosphorsaures Salz bestimmt. Als der Verf. 3,618 Grm. Magnesit, welche 1,722 Grm. Magnesia enthielten, unter Zusatz von soviel Chlorcalcium zu seiner salzsauren Lösung, dass der Kalkerdegehalt etwa 5 pCt. der Magnesia betrug, in der angegebenen Weise behandelte, fand er 4,772 Grm. pyrophosphorsaure Magnesia, entsprechend 1,719 Grm. reiner Magnesia.

Der Verf. giebt dem beschriebenen Verfahren vor dem Scherer'schen*) (Trennung der schwefelsauren Salze durch Zusatz von Alkohol zu ihrer Lösung) deshalb den Vorzug, weil der Gyps nur in starkem Alkohol unlöslich sei, in welchem hinwiederum die schwefelsaure Magnesia sich

*) Annal. d. Chem. u. Pharm. Bd. 110. p. 237.

ebenfalls ziemlich schwer löse, so dass man bei genauem Arbeiten mit ziemlich grossen Flüssigkeitsmengen operiren und noch das Filtrat nach Ausfällung des Gypses eindampfen und den Rückstand mit starkem Alkohol ausziehen müsse, um etwa noch in Lösung gebliebenen Gyps im Rückstande zu behalten. Die Abscheidung des Kalkes durch überschüssiges oxalsaures Ammon bei Gegenwart von Chlorammonium*) setzt der Verf. seiner Methode deswegen nach, weil nach seinen Erfahrungen ein bloss einmaliges Wiederauflösen des ersten Niederschlages mit darauf folgender zweiter Fällung zur exacten Trennung der beiden Erden öfter nicht genüge, diese Operation vielmehr oft zwei- bis dreimal wiederholt werden müsse, um jede Spur von Magnesia von dem Niederschlag fern zu halten. Zahlenbelege für diese letztere Behauptung, aus denen man den genauen Betrag der Menge von Magnesia erkennen könnte, die nach dem ersten Wiederauflösen etc. bei dem oxalsauren Kalk zurückbleibt, giebt der Verf. nicht.

H. Schwarz**) trennte, gelegentlich einer Anzahl von Dolomitanalysen, Kalk und Magnesia von einander, um rascher zum Ziele zu kommen als nach dem sonst üblichen Verfahren, in der Weise, dass er, nachdem Sand und Eisen besonders bestimmt worden waren, die salzsaure Lösung des Minerals mit Schwefelsäure abdampfte, den Rückstand, der nach schwachem Glühen, oder erforderlichen Falles nach nochmaligem Befeuchten mit Schwefelsäure und erneuertem Glühen ein Gemenge von schwefelsaurem Kalk, schwefelsaurer Magnesia, Eisenoxyd und Sand darstellte, wog, sodann mit einer gesättigten Lösung von reiner schwefelsaurer Kalkerde aufweichte, das ungelöst Bleibende mit derselben Lösung auswusch, das Filter mit dem Niederschlage auf mehrere Bogen Filtrirpapier brachte, sodann trocknete, glühte und wiederum wog. Die Differenz ergab die aufgelöste schwefelsäure Magnesia, den Kalk berechnete der Verf. aus dem erhaltenen Rückstande, nachdem Eisenoxyd und Sand abgezogen worden waren. Den Fehler, den man erhält, wenn man mit Gyps gesättigtes Waschwasser im Filtrirpapier und Niederschlage eintrocknet und den Gyps mitwägt, hält der Verf. für verschwindend klein. Er nimmt an, dass 1 Th. Gyps in 400 Th. Wasser löslich sei und dass bei mässig grossen Filtern kaum mehr als $\frac{1}{2}$ CC., d. h. 0,00125 Grm. Gyps absorbirt bleiben würden, nöthigenfalls könne man die betreffende Grösse durch Wägung des Filters vor und nach dem Trocknen ermitteln und die dem Wassergehalt entsprechende Gyps menge

*) Diese Zeitschr. Bd. 7. 310.

**) Dingler polyt. Journ. Bd. 186. p. 24.

in Anrechnung bringen. Probeversuche mit reinem kohlensaurem Kalk, reinem Magnesit und Gemischen beider hätten, sowie auch die Analyse der untersuchten Dolomite, hinreichend übereinstimmende Resultate geliefert. Zahlenbelege enthält unsere Quelle nicht.

Zur Trennung des Nickels vom Eisen. G. Werther *) befolgte für diesen Zweck bei der Analyse des am 30. Jan. 1868 in der Nähe von Pultusk zur Erde gefallenen Meteoriten einen von dem gewöhnlichen etwas abweichenden Weg, indem er zuerst kochend mit Ammon Eisenoxyd und Thonerde niederschlug, wobei stets eine wesentliche Menge Nickeloxydul und Kalk, unter gewissen Umständen auch Magnesia, mit niederfiel. Von dem Niederschlag wurde die überstehende (schwach blaue) Flüssigkeit abfiltrirt und der Rückstand einigemal mit Wasser decantirt, dann wurde er mit äusserst verdünnter Essigsäure ausgekocht, welche, wenn sie richtig verdünnt ist, und tüchtig gekocht wird, kein Eisenoxyd und keine Thonerde aufnimmt. Das kochende Waschwasser liess der Verf. in die erste Flüssigkeit einlaufen, und wenn diese ein wenig sauer reagirte, zersetzte er sie mit Schwefelwasserstoff. — Andere Male wurde das Nickel vom Eisenoxyd in der neutralen Lösung durch bernsteinsaures Ammon geschieden, wobei auch Thonerde und einmal sogar Magnesia mit niederfiel. Das ausgefällte Eisenoxyd wurde von der Thonerde durch Schmelzen mit Aetznatron getrennt, wobei sich immer sehr auffallende Manganreaction zeigte, auf welche der Verf. übrigens, da überhaupt nur eine sehr geringe Menge Mangan vorhanden war, keine weitere Rücksicht nahm.

Verfahren zur volumetrischen Bestimmung des Zinkes. A. Renard **) hat über diesen Gegenstand mehrere Abhandlungen veröffentlicht. Er löst das Zinkerz in Königswasser, füllt mit überschüssigem Ammon, filtrirt, wäscht aus, schlägt aus dem Filtrat durch eine abgemessene überschüssige Menge einer Kaliumeiscyancyanürlösung von bekanntem Gehalt Zinkeiscyancyanür nieder, welches in der ammoniakalischen Flüssigkeit völlig unlöslich ist, verdünnt auf ein bestimmtes Volumen, filtrirt abermals, säuert einen aliquoten Theil der durchgelaufenen Flüssigkeit mit Salzsäure an und fügt eine titrirte Lösung von übermangansaurem Kali so lange hinzu, bis alles Kaliumeiscyancyanür in Kaliumeiscyancyanid umgewandelt ist. Aus der verbrauchten Menge der letzteren Lösung soll dann der Zinkgehalt berechnet werden. — Der Verf. meint, dass von allen Metallen, welche gewöhnlich das Zink in

*) Aus einem vom Verf. eingesandten Specialabdruck einer Abhandlung über die Analyse des Meteorits von Pultusk.

**) Compt. rend. 67. p. 450. Vgl. auch diese Zeitschr. Bd. 4. p. 213 u. Bd. 8. 135.