phosphat mit genau so viel Ammoniak versetzt, als zur Bildung des Doppelsalzes erforderlich ist. Man bringt einen Überschuss des Dinatrium-ammoniumphosphats (20 bis 25 *ccm* einer $\frac{1}{2}$ -Normallösung) in ein Becherglas und gibt 10 *ccm* der Magnesiumchloridlösung, welche 0,3 bis 0,5 % Magnesium enthalten soll, rasch hinzu. Beim Umrühren der Flüssigkeit, wobei ein Berühren der Gefässwandung zu vermeiden ist, scheidet sich der Niederschlag vollständig ab. Er wird auf einem tarierten Filter oder in einem Gooch'schen Tiegel gesammelt, mit 2,5-prozentigem Ammoniak ausgewaschen und in üblicher Weise behandelt. Bei etwa 15 Minuten langem Glühen über dem Teclu-Brenner wird der Niederschlag vollkommen weiss.

Zur volumetrischen Bestimmung des Magnesiums bringt man 10 *ccm* der Lösung des Magnesiumsalzes rasch in 40 *ccm* des neutralen Reagens, das sich in einem mit Glasstopfen versehenen Zylinder befindet, schüttelt um und lässt bis zur vollständigen Abscheidung des Niederschlags stehen. Hierauf wird ein aliquoter Teil der klaren Flüssigkeit abgezogen, mit 1 bis 2 *ccm* starker Essigsäure versetzt und das überschüssige Phosphat mit Uranylacetat titriert. Die hierbei erhaltenen Resultate schwankten bei einer Lösung, die 0,368 % Magnesium enthielt, von 0,351 bis 0,378 %. Bei Anwendung dieser Methode zur Analyse der Zemente etc. wird zunächst das Kalzium entfernt, der nach dem Wegglühen der Ammonsalze verbleibende Rückstand wieder aufgenommen und das Magnesium in vorstehender Weise bestimmt.

Zur Bestimmung der Magnesia in Magnesiten benutzte J. Mayrhofer¹⁾ ein von Em. Pozzi-Escot²⁾ zur Fällung der Magnesia empfohlenes Verfahren, bei welchem als Fällungsmittel eine Phosphorsalzlösung verwendet wird, die in 250 *ccm* Wasser 1 *g* Phosphorsalz, 4 *g* Chlorammonium, 2 *g* Zitronensäure und 6 *g* konzentriertes Ammoniak enthält. Es ergab sich jedoch, dass die Methode für die direkte Bestimmung der Magnesia ungeeignet ist, weil die Konzentration an Zitronensäure, sowie an Ammoniumsalzen zu gering ist, um die anderen Basen in Lösung zu halten; dann wird auch durch das Chlorammonium das Ausfallen eines normalen phosphorsauren Salzes der Magnesia nicht gewährleistet. Das Ammoniumsulfat sichert dagegen eine gleichmäßige

1) Zeitschrift f. angew. Chemie **21**, 592.

2) Ann. Chim. anal. appl. **7**, 126.

Zusammensetzung der phosphorsauren Ammonmagnesia und verhindert ein Einschliessen fremder Salze in den Niederschlag, sowie das Ausfallen von basischen Eisensalzen. Um genaue Resultate zu erreichen, darf die Fällung nicht in der Kälte vorgenommen werden, doch genügt die Wärme, welche erzeugt wird, wenn eine ammoniakalische Zitronensäurelösung in eine stark schwefelsaure Lösung des Salzes gebracht wird. Der Verfasser schlägt daher die folgende Arbeitsweise vor:

5 g der fein gepulverten Probe werden mit Königswasser im Wasserbade aufgeschlossen und zur Trockne eingedampft. Der Rückstand wird eine halbe Stunde auf 180—200° C. erhitzt, mit wenig Salzsäure wieder aufgenommen, die Kieselsäure abfiltriert und die Lösung auf 1 l gebracht. 40 ccm, entsprechend 0,2 g bei Rohmagnesiten, oder 20 ccm, entsprechend, 0,1 g bei gebrannten Magnesiten, werden in einem Becherglase mit 5 ccm konzentrierter Schwefelsäure, 100 ccm einer Zitronensäurelösung, welche im Liter 100 g Zitronensäure und 333 ccm Ammoniak von 0,91 spezifischem Gewicht enthält, 20 ccm 10-prozentiger Natriumphosphatlösung und 15 ccm konzentriertem Ammoniak in der angegebenen Reihenfolge versetzt. Die Mischung wird etwa 5 Minuten gut ausgerührt, wobei ein Berühren der Glaswandungen möglichst zu vermeiden ist, nach zweistündigem Stehen durch einen Gooch-Tiegel filtriert und der Niederschlag gegläht. Durch Multiplikation des erhaltenen Gewichts mit 180, beziehungsweise 360, ergibt sich die Magnesia in Prozenten. Die nach der angeführten Zitratmethode und auf dem gewöhnlichen analytischen Wege gefundenen Resultate stimmten sehr gut überein.

Zur Bewertung der Magnesite des Handels auf Grund der chemischen Analyse und zur Bestimmung kleiner Mengen von Kalk neben viel Magnesia hat F. Hundeshagen¹⁾ Mitteilungen gemacht. Der Verfasser weist auf die bei der Analyse von Magnesiten vorkommenden Verschiedenheiten hin und führt sie hauptsächlich auf die Schwierigkeit zurück, welche die Trennung kleiner Mengen von Kalk und grosser Mengen von Magnesia bereitet. Die Oxalatmethode erscheint für den genannten Zweck nur wenig geeignet, sie lässt aber genügend genaue Resultate erreichen, wenn die folgende Abänderung vorgenommen wird. Man bewirkt die Fällung des Kalziumoxalats in der angemessen verdünnten, nahe zum Sieden erhitzten, essigsäuren

1) Zeitschrift f. öffentl. Chemie 15, 85.