starker Salpetersäure zugesetzt, die Lösung eingedampft und der Rückstand erst gelinde, dann über dem Gebläse erhitzt.

Diese Umwandlung des Berylliumchlorids in das Nitrat kann in Platingefäßen ausgeführt werden, ohne dass diese merklich angegriffen werden, sofern man nur dafür sorgt, dass jeder Ueberschuss an Salzsäure entfernt ist, bevor man den Trockenrückstand mit Salpetersäure versetzt.

Die vorliegenden Beleganalysen, bei welchen etwa 0,1 g Aluminiumoxyd und 0,02, beziehungsweise 0,1 g Berylliumoxyd, beide als Chlorid, in Anwendung kamen, ergaben günstige Resultate; das Endvolumen der Flüssigkeit betrug bei den Versuchen 12, beziehungsweise 30 cc.

Havens¹⁾ hat die Methode weiter mit gutem Erfolg zur Trennung des Aluminiums von Zink, Kupfer, Quecksilber und Wismuth benutzt. Die Abscheidung des Aluminiums als Chlorid und die Ueberführung des letzteren in Oxyd erfolgt in ganz ähnlicher Weise wie oben beschrieben.

Die Bestimmung des Zinks geschieht am einfachsten, indem man das saure Filtrat in einer Porzellanschale vorsichtig verdampft²⁾ und das Chlorid durch wiederholtes Eintrocknen mit Salpetersäure vollständig in Nitrat überführt; das letztere wird alsdann in einem gewogenen Platintiegel zur Trockne gebracht und nach dem Glühen als Zinkoxyd gewogen. Es zeigte sich, dass das Zinkoxyd stets etwas verunreinigt war, weil die Porzellanschale bei der längeren Einwirkung der starken Säuren angegriffen wird. Um diesen Fehler auszugleichen, brachte der Verfasser bei den Resultaten eine Correctur in Abzug, deren Werth durch Ausführung eines blinden Versuchs bestimmt wurde.

Zur Bestimmung des Kupfers wurde das saure Filtrat in einer Platinschale unter Zusatz einiger Tropfen Schwefelsäure verdampft und das Kupfersulfat durch Erhitzen auf Rothgluth in Oxyd übergeführt.

Zur Bestimmung des Schwefels in Eisen und Stahl bedienen sich W. A. Noyes und L. L. Helmer³⁾ der nachstehenden Methode.

1) Zeitschrift f. anorgan. Chemie **18**, 147.

2) Da die Flüssigkeit wegen des heftigen Entweichens des Aethers und der Salzsäure leicht spritzt, ist es vorthellhaft, einen schwachen Luftstrom über die Oberfläche derselben streichen zu lassen.

3) The Journ. of the Americ. chem. Soc. **23**, 675.

Man bringt in eine Flasche 200 cc Wasser und 8 cc reines Brom¹⁾ und gibt nach und nach 5 g Eisen oder Stahl hinzu, wobei man nach jedem Zusatz abkühlt. Nachdem die Lösung beendet ist, vertreibt man den geringen Ueberschuss von Brom, indem man einmal aufkocht, filtrirt den ungelösten Rückstand ab und wäscht denselben aus. Hierauf fügt man zu dem Rückstande etwas Natriumcarbonat, verbrennt das Filter über einer Weingeistlampe und beendet die Oxydation durch Zufügen von etwas Natronsalpeter. Die Schmelze wird mit Wasser behandelt, filtrirt und die Schwefelsäure im Filtrate in üblicher Weise bestimmt.

Nach einem zweiten Verfahren bringt man in eine Flasche 120 cc Salpetersäure von 1,2 specifischem Gewicht und 1 g Bromkalium und trägt allmählich 5 g Eisen in einer Mischung mit 7 g Kaliumchlorat ein, indem man hierbei, wenn nöthig, etwas abkühlt. Sobald sich das Eisen gelöst hat, bringt man die Lösung in eine Porzellanschale und verdampft unter Ausschluss der Verbrennungsproducte des Leuchtgases zur Trockne. Den Abdampfungsrückstand nimmt man mit concentrirter Salzsäure auf, verdünnt, filtrirt und behandelt den abfiltrirten Rückstand wie zuvor angegeben.

Die nach dem ersten oder zweiten Verfahren erhaltene Lösung bringt man in einen 500 cc fassenden Messkolben, in welchem sich 130 cc 10 procentiges Ammoniak befinden; man füllt bis zur Marke auf, mischt und filtrirt durch ein trockenes Filter. Von dem stark alkalischen Filtrate werden 300 cc in einem weiten Becherglase bis auf etwa 100 cc verdampft, indem man auch hierbei die Berührung mit den Verbrennungsproducten des Leuchtgases vermeidet, dann mit einem Tropfen verdünnter Salzsäure versetzt und mit 10 cc Chlorbaryumlösung gefällt. Aus dem gewogenen Baryumsulfat, dem man $\frac{3}{5}$ des aus dem Rückstande erhaltenen Baryumsulfats hinzuaddirt, ergibt sich die Menge des Schwefels aus 3 g Eisen.

Bei gleichen Eisensorten dürfte die Schwefelmenge, welche sich im Rückstande findet, nahezu gleich sein, so dass es genügt, den Schwefel in der Lösung zu bestimmen und für den Schwefel im Rückstande eine Correctur anzubringen. In solchem Falle kann die Lösung direct, ohne Filtration des Rückstandes, in das Ammoniak gegossen werden, wodurch sich die Methode wesentlich vereinfacht.

¹⁾ Die Verfasser benutzten Brom, welches sie mit etwas trockenem Natriumcarbonat gemischt und aus einer Retorte abdestillirt hatten.

Beide Aufschliessungsverfahren gaben nach den mitgetheilten Beleganalysen gut übereinstimmende Zahlen.

Bei der Analyse von hochprocentigem Ferrosilicium hat G. Watson Gray¹⁾ die Beobachtung gemacht, dass ein solches Calcium enthielt. Während niederprocentiges Ferrosilicium durch Säuren, eventuell unter Zusatz von Brom, gelöst wird, widersteht hochprocentiges Ferrosilicium bei dieser Behandlung und muss, sofern Calcium und Magnesium zu berücksichtigen sind, durch Schmelzen mit Kaliumcarbonat, beziehungsweise Natriumkaliumcarbonat, aufgeschlossen werden. Man mischt 1 g des fein gepulverten Ferrosiliciums in einem Platintiegel mit 4 g kohlensaurem Natronkali, bedeckt und erhitzt über einem Bunsen-Brenner. Nachdem die erste, sehr heftige Reaction vorüber ist, erhitzt man stärker, bis der Aufschluss beendet ist. Die Schmelze wird mit Wasser behandelt und möglichst vollständig in eine Porzellanschale gebracht. Den Tiegel spült man zunächst mit Salzsäure nach, bringt dieselbe zur Hauptlösung und entfernt dann die an den Wandungen des Tiegels noch haftenden Reste durch Schmelzen mit Kaliumbisulfat. Die Lösung dieser Schmelze kann gleichfalls mit der Hauptlösung vereinigt werden, wenn man nicht vorzieht, die Lösung für sich mit Ammoniak zu fällen und Niederschlag, sowie Filtrat entsprechend mit der Hauptmenge zu vereinigen.

Der Inhalt der Schale wird zum Kochen erhitzt und, nachdem sich das schwammige Eisen gelöst hat, mit 10 cc Salpetersäure oxydirt. Hierauf wird die Kieselsäure in bekannter Weise abgeschieden und bestimmt. Den nach dem Verflüchtigen der Kieselsäure verbleibenden Rückstand, welcher die Hauptmenge des etwa vorhandenen Chroms und Wolframs enthält, schmilzt man mit kohlensaurem Natronkali oder mit Kaliumbisulfat.

Im Filtrate von der Kieselsäure erfolgt die Bestimmung der übrigen Bestandtheile nach den gebräuchlichen Methoden. Zu bemerken ist, dass der Verfasser es für nöthig hält, den durch Fällung mit Ammon erhaltenen Niederschlag auf Kieselsäure zu prüfen, indem man den geglühten Niederschlag in Salzsäure löst und die Lösung zur Trockne verdampft.

Die Bestimmung des Phosphors und des Schwefels kann, wie bei dem Ferrochrom, in einer Probe vorgenommen werden. Auch bei der

1) Journ. of the soc. of. chem. industry 20, 538.