

3. Ein grösserer Chlorgehalt (bis 40 g im Liter) stört die Titration nicht, wenn man die Neutralisation mit Natriumhydroxyd vornimmt und mit grösserem Zinkoxydgehalt arbeitet.
4. Sind nur Sulfate zugegen, so muss man, um richtige Werte zu erhalten, mehr Zinksulfat, etwa 10 g für 10 ccm verbrauchte $\frac{n}{10}$ -KMnO₄ Lösung, zugeben.
5. Die nach der Methode von Volhard, respektive Volhard-Wolff, erhaltenen Werte für Mangan sind wohl deshalb zu niedrig, weil der ausfallende Niederschlag der manganigen Säure mit dem noch in Lösung vorhandenen Mn⁺⁺ eine Adsorptionsverbindung bildet.

Herrn Wirkl. Staatsrat Prof. Dr. P. Walden sage ich für sein freundliches Entgegenkommen bei der Arbeit meinen besten Dank.

Riga, Polytechnisches Institut, Analytisches Laboratorium.

Die Bestimmung des Gesamtkalis im Kalisilikat.

Von

A. Verweij.

Seit einiger Zeit wird der Landwirtschaft aus der Rheingegend unter dem Namen «Kalisilikat» unechter Phonolith als Kalidüngemittel angeboten.

Herr Professor Dr. Wein an der landwirtschaftlichen Akademie Weihenstephan in Freising bei München hat mit diesem Gesteine (im fein gemahlenden Zustande) seit einigen Jahren Düngungsversuche angestellt, und die Resultate sind dermaßen günstig ausgefallen, dass eine Anregung zu weiteren Versuchen mit diesem auch mechanisch so günstig beschaffenen Material im Interesse der Landwirtschaft allerdings sehr erwünscht wäre. Der genannte Phonolith enthält 9 bis 10 % Kali, gebunden an Kieselsäure, und keine für die Pflanzen schädlichen Bestandteile.

Diese Mitteilungen sollen nicht etwa den Zweck haben, auf die günstige Wirkung des Phonoliths hinzuweisen, nur möchte ich kurz hervorheben, dass eine Aufnahme von kieselsauren Salzen und Doppelsalzen durch die Pflanzen nichts Aussergewöhnliches ist, sondern vollkommen im Einklange steht mit der physiologischen Tätigkeit derselben, und dass

diese Aufnahme auch mit den Angaben bedeutender Pflanzenphysiologen übereinstimmt.

Es ist ja eine bekannte Sache, dass die Pflanzen die Kieselsäure — diese in Reagenzien so äusserst schwierig lösliche Verbindung — gern aufnehmen, denn es ist in der Pflanzenasche stets Kieselsäure, manchmal sogar in bedeutenden Quantitäten, gefunden worden. Auch die Zersetzung — die Verwitterung — der Silikatgesteine in der Ackererde ist allgemein bekannt.

Es werden nun schon regelmässig Proben des sogenannten Kalisilikats zur Untersuchung auf Kali eingesandt, für welche Bestimmung sich die für die Kalidüngesalze gebräuchliche Methode bekanntlich nicht eignet. Die Behandlung mit Fluorwasserstoffsäure und die für die Gesteine bekannten Schmelzmethoden mittels Borsäure, Bleikarbonats, Fluorammoniums etc. sind sehr umständlich, respektive unpraktisch, weshalb ich mich bemüht habe, für die Bestimmung des Gesamtkalis in Kalisilikat einen bequemeren Weg zu finden. Die von mir ausgearbeitete Methode, gegründet auf ein Zusammenschmelzen mit Ammoniumchlorid und Kalziumkarbonat nach Lawrence Smith, ist folgende:

I. 1 g des gemahlene Silikats wird im Mörser möglichst fein gemahlen, dann zunächst mit 1 g chemisch reinem (kalifreiem) Chlorammonium und hierauf mit 5 g chemisch reinem (kalifreiem) Kalziumkarbonat verrieben, die Mischung vollständig in einen Platintiegel von etwa 4,5 cm Höhe und 3,5 cm Breite gebracht und mit 3 g chemisch reinem (kalifreiem) Kalziumkarbonat bedeckt. Das Gemisch wird anfänglich über kleiner Flamme erhitzt, bis die letzten Spuren Ammoniak ausgetrieben sind (Nebel dürfen hierbei nicht auftreten), und schliesslich bei bedecktem Tiegel eine Stunde auf dem Teclu-Brenner geglüht, (eventuell kann man auch einen sehr starken Bunsen-Brenner benutzen¹⁾).

II. Man lässt nun abkühlen und bringt die Schmelze mit einer Pinzette in einen Mörser (der Kuchen lässt sich sehr leicht heben; im Tiegel bleibt so gut wie nichts zurück), auch die kleinen, eventuell zurückbleibenden Teile der Schmelze schafft man weg, indem man den Tiegel wiederholt mit Wasser nachspült. Die Schmelze digeriert man

¹⁾ Stärkeres oder längeres Erhitzen bewirkt eine geringe Verflüchtigung des Kalis, schwächeres Erhitzen einen unvollständigen Aufschluss. Ein schmalerer und höherer Tiegel wird sich für den Zweck noch besser eignen.

im Mörser bis zu vollständiger Verteilung mit Wasser und spült alles quantitativ in einen 200 *ccm*-Mafskolben, wozu man im Ganzen etwa 150 *ccm* Wasser gebraucht, kocht 15 Minuten über kleiner Flamme, lässt vollständig abkühlen, füllt genau auf 200 *ccm* mit Wasser auf, schüttelt tüchtig durch und filtriert.

III. 50 oder 100 *ccm* des Filtrates werden in einem flachen Porzellanschälchen mit Salzsäure schwach angesäuert, 10, respektive 15 *ccm* einer 10-prozentigen Platinchloridlösung zugesetzt, bis beinahe zur Trockene verdampft, und das Kali als Kaliumplatinchlorid abgeschieden, bei 120—130° getrocknet und gewogen. Das erhaltene Gewicht, mit 0,194 multipliziert, gibt die gefundene Menge Kali. Durchschnittlich resultiert nach dieser Methode 9,5% Gesamtkali. Das Chlorammonium und das Kalziumkarbonat müssen natürlich durch einen blinden Versuch auf Reinheit geprüft werden.¹⁾

Rotterdam, Landw. Versuchsstation.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagenzien.

1. Auf theoretische und physikalische Chemie bezügliche.

Von

R. Fresenius.

Eine Modifikation der Hempel'schen Bürette beschreibt J. F. Spencer²⁾. Beim Arbeiten mit der Hempel'schen Bürette ist es oft schwierig, die Luft aus dem kapillaren Verbindungsrohr zwischen Absorptionspipette und Bürette völlig zu entfernen. Zumal bei Verwendung von Kalilauge als Absorptionsmittel lässt sich die Gummiverbindung nur schwer ordnungsmäßig herstellen. Diese Schwierigkeit

¹⁾ Kalziumkarbonat stellt man sich am besten im Laboratorium selbst her durch Fällen von sulfatfreiem Kalziumchlorid mittels sulfatfreien Ammoniumkarbonates. Auf diese Weise erhält man Kalziumkarbonat in feinsten Verteilung, welches nach der angegebenen Behandlung keinen Rest auf dem Filter hinterlässt; das chemisch reine Chlorammonium (de Häen, Merck) kann für den Zweck ohne weiteres genommen werden.

²⁾ Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **42**, 1786.