

bläse, wobei der Graphit vollständig verbrennt. Nach dem Erkalten wird die Schmelze in etwa 150 cc Wasser und etwas Salzsäure in der Wärme gelöst. Die Kieselsäure bleibt rein weiss zurück, und etwa vorhandene Titansäure geht in Lösung.

Zur Bestimmung des Eisens in Eisenerzen hatte C. Reinhardt¹⁾ vorgeschlagen, die heisse Eisenchloridlösung mit Zinnchlorür zu reduciren, den Ueberschuss des letzteren mit Quecksilberchlorid zu entfernen und alsdann die mit Mangansulfat versetzte, stark verdünnte Flüssigkeit mit Permanganatlösung zu titriren.

Später hat Reinhardt²⁾ einige verbessernde Abänderungen getroffen, durch welche namentlich eine schärfere Erkennung der Endreaction ermöglicht wird. Bei der Titration mit Permanganatlösung wird die Flüssigkeit durch die Bildung von Eisenchlorid gelb gefärbt, so dass sich die Endreaction nur undeutlich durch eine bräunliche Färbung zu erkennen gibt. Dieser missliche Farbenton lässt sich vermeiden und geht in reines Rosa über, wenn man die zu titrirende Flüssigkeit mit concentrirter Phosphorsäure versetzt.

Die Ausführung der Methode nach der Vorschrift von Reinhardt erfordert die folgenden Lösungen:

1. Eine Kaliumpermanganatlösung, welche in einem Liter 6 g Kaliumpermanganat enthält.
2. Eine freie Phosphorsäure und Schwefelsäure enthaltende Lösung von Mangansulfat. Man löst einerseits 200 g krystallisirtes Mangansulfat in 1000 cc Wasser unter Zufügen einiger Cubiccentimeter verdünnter Schwefelsäure und mischt andererseits 1000 cc Phosphorsäure von 1,3 specifischem Gewicht mit 600 cc Wasser und 400 cc Schwefelsäure von 1,8 specifischem Gewicht. Das letztere Gemisch giesst man nach dem Erkalten zu der Mangansulfatlösung.
3. Eine Quecksilberchloridlösung, welche auf 1 Liter 50 g festes Salz enthält.
4. Eine stark salzsaure Zinnchlorürlösung, welche durch Auflösen von 120 g eisenfreiem Zinn in Salzsäure und Verdünnen auf 4 Liter bereitet wird.

Bei Anwendung der Methode erwärmt man 0,5 oder 1 g des Erzes mit 25—30 cc Salzsäure von 1,19 specifischem Gewicht bis zur voll-

¹⁾ Stahl und Eisen 4, 704.

²⁾ Chemiker-Zeitung 13, 323.

ständigen Zersetzung, reducirt das vorhandene Eisenchlorid durch allmähliches Zufügen von Zinnchlorür und entfernt den geringen Ueberschuss des letzteren, indem man mit 60 cc Quecksilberchloridlösung versetzt. Hierauf verdünnt man die Lösung auf $1\frac{1}{2}$ Liter¹⁾ mit Wasser, welchem 60 cc von obiger Mangansulfatlösung hinzugefügt sind, und titirt mit Permanganatlösung.

Den Wirkungswerth der Permanganatlösung stellt Reinhardt mit Hilfe von Kaliumtetraoxalat fest.

Erze, welche organische Substanzen oder Schwefelverbindungen enthalten, müssen vor dem Aufschliessen mit Salzsäure zunächst in bedecktem Porzellantiegel, dann bei Luftzutritt gegläht werden.

C. T. Mixer und H. W. Du Bois²⁾ empfehlen die folgende Modification der Reinhardt'schen Methode: 0,5 g Erz.³⁾ werden in einem mit Uhrglas bedeckten Becherglase mit einer zur völligen Reduction unzureichenden Menge Zinnchlorürlösung⁴⁾ und 10—15 cc Salzsäure von 1,1 specifischem Gewicht versetzt. Bei dem Erhitzen zum Kochen vollzieht sich in Folge der Gegenwart von Zinnchlorür die Zersetzung des Erzes in 2 bis 6 Minuten. In der noch heissen Flüssigkeit reducirt man dann die vorhandenen Reste an Eisenchlorid, indem man vorsichtig Zinnchlorür aus einer Bürette bis zum Verschwinden der gelblichgrünen Farbe zufügt. Den geringen Ueberschuss von Zinnchlorür beseitigt man durch Zugeben von etwa 5 cc einer gesättigten Lösung von Quecksilberchlorid.

Die Lösung ist nun zur Titration mit Permanganatlösung bereit und wird zu diesem Zweck sofort in ein grösseres Becherglas gespült, in welches man zuvor 6—8 cc von der nach unten stehender Vorschrift bereiteten Mangansulfatlösung und etwa 400 cc Wasser gegeben hat.

Zur Bereitung der Mangansulfatlösung löst man 160 g Mangansulfat in Wasser und verdünnt auf 1750 cc; hierzu fügt man 330 cc

1) Die zur Verdünnung erforderliche Wassermenge versetzt man nach Zufügen der Mangansulfatlösung zweckmässig mit einigen Tropfen der Permanganatlösung bis zur schwachen Rothfärbung.

2) The Journ. of the American chem. Soc. 17, 405.

3) Die Verfasser suchen die abzuwägende Substanzmenge der Permanganatlösung so anzupassen, dass die bei der Titration verbrauchten Cubikcentimeter mit 2 multiplicirt genau den Procentgehalt des Erzes an Eisen ergeben.

4) Bei reicheren Erzen 2,5 cc einer Lösung, bereitet durch Auflösen von 373,24 g Zinnchlorür in der gleichen Menge concentrirter Salzsäure und Verdünnen der Lösung mit Wasser auf 2 Liter.

Phosphorsäure von 1,7 specifischem Gewicht und 320 cc Schwefelsäure von 1,84 specifischem Gewicht.

Die Stellung der Permanganatlösung erfolgt unter denselben Bedingungen wie bei der Analyse und unter Anwendung eines Eisenerzes, dessen Eisengehalt auf's Genaueste nach zuverlässigen Methoden bestimmt wird.

Zur Trennung des Palladiums vom Platin haben P. Cohn und F. Fleissner¹⁾ eine Methode angegeben, welche sich auf die Löslichkeit des Ammonium-Palladiumchlorürs im Gegensatz zu der Unlöslichkeit des Platinsalmiaks in einer starken Salmiaklösung gründet.

Zur Ausführung wird die Lösung der beiden Metalle in Königswasser durch wiederholtes Eindampfen von vorhandener Salpetersäure befreit und dann nach dem Versetzen mit etwa 10 cc einer 10procentigen Salmiaklösung auf dem Wasserbade bis beinahe zur Trockne verdampft. Der mit einigen Tropfen Wasser befeuchtete Rückstand wird mit einer 30procentigen Salmiaklösung übergossen, durchgerührt und einige Zeit stehen gelassen. Der erhaltene gelbe Niederschlag von Ammonium-Platinchlorid wird nach dem Abfiltriren zuerst mit Salmiaklösung, dann mit Weingeist ausgewaschen und noch feucht in einem Porzellantiegel verascht, da der getrocknete, vom Filter getrennte Niederschlag schwer ohne Verlust geglüht werden kann.

Die das Ammonium-Palladiumchlorür enthaltende Lösung wird nach dem Verdünnen mit einer hinreichenden Menge Salpetersäure versetzt und auf dem Wasserbade langsam eingedampft. Der bei Gegenwart von überschüssiger Salpetersäure und langsamer Abscheidung erhaltene krystallinische, hochrothe Niederschlag wird abfiltrirt und mit einer concentrirten, kalten, mit einigen Tropfen Salpetersäure versetzten Salmiaklösung ausgewaschen. Das so erhaltene Salz ist Ammonium-Palladiumchlorid von der Zusammensetzung $\text{Pd}(\text{NH}_4)_2\text{Cl}_6$.

Der noch feuchte Niederschlag wird in derselben Weise, wie oben bei dem Platinsalmiak angeführt, geglüht. Erscheint das geglühte Palladium bläulich, was von einer unvollständigen Reduction herrührt, so lässt man auf den warmen Schwamm etwas Leuchtgas strömen, wobei derselbe heftig erglüht und normale Beschaffenheit annimmt.

Die mitgetheilten zufriedenstellenden Beleganalysen lehren, dass die Genauigkeit der Methode durch das relative Verhältniss der vorhandenen

1) Monatshefte für Chemie **17**, 361.