

5. Der in 4. erhaltene salpetersaure Strontian wurde zur Controle mit Wasser zu 500 CC. gelöst, 50 CC. mit überschüssiger Kleesäure eingedampft, der Rückstand geglüht und durch Abdampfen mit Salzsäure in säurefreies Chlorstrontium verwandelt. Der zugehörige Aetzkalk wurde gleichfalls in säurefreies Chlorid verwandelt, und beide Chlormetalle gesondert, nach Zusatz von chromsaurem Kali, mit Silberlösung versetzt bis zur röthlichen Färbung. Man brauchte 25,65 CC. auf der Strontiumseite, also 256,5 für alles Strontium, und 22,85 CC. auf der Calciumseite, woraus unmittelbar und ohne alle Berücksichtigung des Titors der Silberlösung folgt, dass auf jedes Aeq. Calcium 11,2254 Aeq. Strontium kommen.

Es ergab somit

|                      | 1 u. 2 | 3     | 4      | 5      |
|----------------------|--------|-------|--------|--------|
| SrO, CO <sub>2</sub> | 94,68  | 94,63 | 94,46  | 94,31  |
| CaO, CO <sub>2</sub> | 5,32   |       | 5,69   | 5,69   |
|                      | 100,00 |       | 100,15 | 100,00 |

Man ersieht, dass man zur Ausführung der Analyse 5., wenn man von der zur Erreichung des Zweckes nicht nothwendigen vorhergehenden Wägung des salpetersauren Strontians und des Kalks absieht, weder Wage noch Gewichte gebraucht, dass die Silberlösung einen beliebigen unbekannten Silbergehalt haben kann, und die Maassgefässe nur relativ richtig zu sein brauchen.

**Bestimmung der Thonerde.** In Betreff der Fällung der Thonerde durch Ammon aus salzsaurer Lösung erinnert Al. Mitscherlich (Journ. f. prakt. Chem. 83. 459) zunächst an die schon bekannten günstigsten Bedingungen (Fällen in der Siedhitze mit geringem Ammonüberschuss, Kochen bis derselbe wieder möglichst entfernt ist). Neu ist der Vorschlag, das Thonerdehydrat noch nass mit dem Filtrum im Platintiegel zu erhitzen und schliesslich zu glühen. Al. Mitscherlich gibt diesem Verfahren dem bisher üblichen gegenüber den Vorzug, einerseits weil man das Trocknen erspart und ein Spritzen vollständig verhindert wird, andererseits weil die feuchte Thonerde durch das schnelle Trocknen in kleine Stücke zerfällt und desswegen leichter löslich wird. Er fügt bei, dass man dieselbe vor dem Wägen längere Zeit der Weissgluth aussetzen müsse, weil sie — bloss bei schwacher Rothgluth erhitzt — noch über ein halbes Procent Wasser enthalte. Die Lösung der geglühten Thonerde zur Prüfung auf ihre Reinheit etc. vollführt der Verfasser nach der von ihm früher <sup>1)</sup> angegebenen Methode mittelst eines Gemisches

<sup>1)</sup> Journ. f. prakt. Chem. 81. 108 ff.

von 8 Gewichtstheilen concentrirter Schwefelsäure und 3 Gewichtstheilen Wasser, von welchem ein ziemlicher Ueberschuss (auf 1 Grm. Thonerde wenigstens 16 Grm. Schwefelsäure) anzuwenden ist. Die Thonerde wird damit unzerkleinert und zwar in einem kleinen Kolben erhitzt und löst sich dann in 5—10 Minuten. Die Anwendung einer Schale ist weniger räthlich, weil man durch Stossen leicht Verlust erleiden kann, auch das hinzugesetzte Wasser zu schnell entweicht und wieder ersetzt werden muss, was die Operation sehr verlangsamt.

In Betreff der Fällung der Thonerde aus schwefelsaurer Lösung und bei Anwesenheit von schwefelsaurem Kali bemerkt der Verfasser, dass der in der Siedehitze dargestellte Ammonniederschlag, nachdem er so lange ausgewaschen, bis im Filtrat keine Schwefelsäure mehr nachzuweisen ist, nicht allein Schwefelsäure (eine Sache, die bekannt war) sondern stets auch noch Kali enthalte, und dass man daher die Schwefelsäure entweder erst entfernen oder aber folgendes Verfahren einschlagen müsse, welches ebenfalls gute Resultate gebe. Man fällt die Lösung kalt mit kohlsaurem Ammon, wäscht rein aus, löst den Niederschlag in Salzsäure und fällt wieder kalt mit kohlsaurem Ammon. In den vereinigten Filtraten befindet sich alle Schwefelsäure und alles Kali. Wurde die Thonerde heiss durch Ammon bei grossem Ueberschuss von Salmiak und dann durch kohlsaures Ammon gefällt, oder umgekehrt verfahren, war die Trennung nicht vollkommen.

Das Kali in dem aus Alaunlösung durch Ammon entstandenen Niederschlag wies A. Mitscherlich auf zweierlei Weise nach. Einmal durch längeres starkes Glühen des Niederschlages und Ausziehen mit Wasser, wobei sich ein Theil des Kalis als Thonerdekali löste, indem das im Niederschlage enthaltene schwefelsaure Kali von der Thonerde in Weisgluth unter Bildung von Thonerdekali und Ausscheidung von Schwefelsäure zersetzt wird, — das andere Mal durch Bildung künstlichen Alaunsteins. Befindet sich nämlich nur eine Spur von Kali, oder auch von Ammon oder Natron, in einer nicht zu sauren und hinlänglich verdünnten Auflösung von Thonerde in Schwefelsäure, und erhitzt man die in ein Glasrohr eingeschlossene Lösung auf  $230^{\circ}\text{C.}$ , so scheidet sich Alaunstein in mikroskopischen Krystallen aus, die aus dem Würfel sehr ähnlichen Rhomboëdern bestehen. In dem so gebildeten Alaunstein lässt sich nun das Alkali mit Leichtigkeit nachweisen.

---

So fest ich auch überzeugt bin, dass die von A. Mitscherlich untersuchten Niederschläge Kali enthalten haben, so kann ich doch nicht

läugnen, dass die Führung des Beweises, der Niederschlag enthalte immer Kali, für mich an Sicherheit gewonnen hätte, wenn die Thonerdehydrat-Niederschläge durch Decantation und nicht wie es geschehen zu sein scheint (siehe a. a. O. die Bemerkung auf Seite 463 betreffend die Anwendung der Auswaschflaschen) auf dem Filter ausgewaschen worden wären. Die Schwierigkeit, den gelatinösen Niederschlag in letzterer Art auszuwaschen, ist so gross, dass in vielen Laboratorien das Thonerdehydrat ganz oder fast ganz durch Decantation ausgewaschen wird. Enthält aber der Niederschlag nur Schwefelsäure und kein Kali, so genügt es, den vollkommen ausgewaschenen zuletzt genügend lang der Weissgluth auszusetzen, um im Rückstand reine Thonerde zu erhalten.

**Trennung der Thonerde von der Magnesia.** Al. Mitscherlich (Journ. f. prakt. Chem. 83. 458) gibt zur Trennung der Thonerde von der Magnesia dem Ammon bei Salmiakzusatz allen andern Methoden gegenüber den Vorzug. Er empfiehlt einen grossen Zusatz von Salmiak, mindestens das Zwanzigfache der Magnesiamenge, lässt kochend fallen und das Kochen fortsetzen, bis der Geruch nach Ammoniak nur noch höchst unbedeutend ist; aber auch dann ist die Trennung keine ganz vollkommene. Als er die genannte Methode bei der Analyse des Alaunsteins anwandte, enthielt der Niederschlag noch eine wägbare Menge von Magnesia und die Lösung noch eine nicht ganz geringe Menge Thonerde.

**Fällung des Eisens als Schwefeleisen.** F. Reich (Berg- und Hüttenmänn. Zeitung, Jahrgang 20, Nr. 21. — Journ. f. prakt. Chem. 83. 266) gibt an, dass aus einer Auflösung von Eisenchlorid, welche arsenige oder Arsensäure enthält, das Eisen durch Schwefelwasserstoffschwefelammonium nach vorherigem Zusatz von Ammoniak nicht vollständig ausgefällt werde.

---

Ich habe diese Angabe nicht bestätigt gefunden. Eine Lösung von Eisenchlorid wurde mit etwas Salzsäure, dann mit so viel arsensaurem Natron versetzt, dass Ammon einen ganz hellfarbigen Niederschlag hervorbrachte. Nach Zusatz von überschüssigem gelblichem Schwefelammonium filtrirte ich ab. Die klare hellgelbliche Lösung trübte sich, mit Salzsäure versetzt, anfangs weiss, später entstand ein sehr reichlicher gelber Niederschlag von Schwefelarsen. Nachdem dessen Ausfällung durch Einleiten von Schwefelwasserstoff bei 70° C. vervollständigt war, wurde