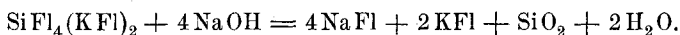


Neutralisation demnach nur noch 4NaOH.



Bei der dritten Bestimmung, der Schwefelsäure, kommt die unter 3) bei der directen Titration dargelegte Reaction in Betracht. Zur Berechnung der wirklich vorhandenen Flusssäure hat man die verbrauchten Cubikcentimeter-Normallauge von der Titration des Kieselfluorkaliums mit  $\frac{3}{2}$  zu multipliciren und von den verbrauchten  $a$  cc in Abzug zu bringen, ebenso ist die Hälfte der bei der dritten Titration angewandten Lauge abzuziehen, weil hier 4 g abgewogen wurden. Die Berechnung der Flusssäure findet ihren Ausdruck durch folgende Gleichung  $= a - \frac{3}{2}b + \frac{c}{2}$ ; die so gefundenen Cubikcentimeter drücken direct die Procente aus. Die Kieselfluorwasserstoffsäure berechnet sich durch Multiplication der  $cc$   $b$  mit 1,8 und die Schwefelsäure durch Multiplication der  $cc$   $c$  mit 1,2.

Andere Verunreinigungen brauchen für gewöhnlich nicht in Betracht gezogen zu werden, eine Bestimmung des specifischen Gewichts gibt keinen Aufschluss bezüglich der Concentration der Säure, ausserdem ist diese Bestimmung mit vielen Unannehmlichkeiten verbunden. Man kann z. B. Glasaräometer und Thermometer nicht verwenden und dann haben ja die Verunreinigungen einen grossen Einfluss auf das Resultat.

## II. Chemische Analyse anorganischer Körper.

Von

H. Weber.

Zur Anwendung des Nitroso- $\beta$ -Naphthols in der quantitativen Analyse. M. Ilinski und G. v. Knorre<sup>1)</sup> haben schon vor längerer Zeit die Verwendung von Nitroso- $\beta$ -Naphthol zur Trennung von Kobalt und Nickel, sowie von Eisen und Aluminium vorgeschlagen und später hat v. Knorre<sup>2)</sup> gezeigt, dass sich in ähnlicher Weise auch das Eisen und das Kupfer von verschiedenen anderen Metallen scheiden lassen.

M. Schleier<sup>3)</sup> empfiehlt die Anwendung von Nitroso- $\beta$ -Naphthol zur Trennung von Eisen und Beryllium. Man versetzt die das

<sup>1)</sup> Diese Zeitschrift 24, 595.

<sup>2)</sup> Diese Zeitschrift 28, 234.

<sup>3)</sup> Chemiker-Zeitung 16, 420.

Eisenoxyd und die Beryllerde als Sulfate oder Chloride enthaltende Lösung, welche eventuell durch Abdampfen auf ein kleineres Volumen zu bringen ist, mit Ammoniak, bis ein Niederschlag entsteht, und fügt tropfenweise so viel Salzsäure hinzu, bis sich derselbe wieder gelöst hat. Alsdann gibt man zu der kalten Flüssigkeit ungefähr das gleiche Volumen 50procentige Essigsäure und versetzt unter Umrühren mit einer Lösung von Nitroso- $\beta$ -Naphtol in 50procentiger Essigsäure.

Nach längerem Stehen (4—5 Stunden) filtrirt man den Eisenniederschlag ab und behandelt denselben in bekannter Weise. Das Filtrat dampft man ein, um die Essigsäure zu verjagen, verdünnt etwas, fügt Ammoniak bis zur schwach alkalischen Reaction hinzu, entfernt das überschüssige Ammoniak durch Erwärmen und bestimmt nach sorgfältigem Auswaschen und Glühen auf dem Gebläse die Beryllerde.

C. Meineke<sup>1)</sup> hat die Trennung von Eisen und Mangan mit Nitroso- $\beta$ -Naphtol in eingehender Weise geprüft und hierbei günstige Resultate erhalten. Desgleichen hat H. Kofahl<sup>2)</sup> gefunden, dass sich auf diesem Wege eine scharfe Trennung von Eisen und Mangan erzielen lässt.

Besonderen Vortheil bietet nach Meineke die Nitroso- $\beta$ -Naphtol-Fällung bei der Trennung des Eisens vom Aluminium, da sich das letztere im Filtrate nach Zusatz von Chlorammonium direct mit Ammoniak abscheiden lässt.

Wie die Abscheidung des Aluminiums, so wird auch die Fällung von Kalk und Magnesia als Oxalat, beziehungsweise Phosphat, durch die Gegenwart von Nitroso- $\beta$ -Naphtol nicht beeinträchtigt und kann somit derjenigen des Aluminiums unmittelbar folgen.

Bei Anwesenheit von Phosphorsäure wird dieselbe theilweise mit dem Eisen gefällt. Auch in Gegenwart von freier Salzsäure fallen nicht unbeträchtliche Mengen von Phosphorsäure mit nieder, und es ist v. Knorre<sup>3)</sup> selbst bei mannigfachster Abänderung der Versuchsbedingungen nicht gelungen, das Eisenoxyd frei von Phosphorsäure zu erhalten. Eine vollständige Abscheidung der Phosphorsäure mit dem Eisenniederschlage gelingt dagegen in einfacher Weise, wenn man

---

<sup>1)</sup> Zeitschrift f. angew. Chemie 1888, S. 3, 68, 219 und 252. — Diese Zeitschrift 28, 238.

<sup>2)</sup> Ueber einige Methoden zur Bestimmung und Trennung von Eisen, Mangan, Nickel und Kobalt. Inaugural-Dissertation, Berlin, 1890.

<sup>3)</sup> Zeitschrift f. angew. Chemie 1893, S. 264.

nach annähernder Neutralisation der Lösung den letzten Rest der freien Salzsäure durch Zufügen von Ammoniumacetat durch freie Essigsäure ersetzt; selbstverständlich muss hierbei das Eisen im Ueberschuss vorhanden sein. Diese Angaben von v. Knorre stimmen vollkommen mit den Ergebnissen von Meineke überein.

Bei der Abscheidung des Kobalts, wie auch des Kupfers, verursacht die Anwesenheit von Phosphorsäure und Arsensäure keinerlei Schwierigkeiten.

Das Veraschen der Nitrosonaphtolniederschläge, welches nach der früheren Vorschrift von v. Knorre eine sehr langwierige Arbeit war, lässt sich wesentlich abkürzen, wenn man den noch feuchten Niederschlag sammt Filter in einen geräumigen tarirten Platintiegel bringt, das Filter sorgfältig schliesst und den bedeckten Tiegel sofort mit der vollen Flamme des Muencke'schen Patentbrenners oder eines guten Dreibrenners erhitzt. Treten keine brennbaren Gase mehr auf, so hebt man den Deckel ab und glüht stark bei Luftzutritt, bis die Kohle verbrannt ist, wobei man die Verbrennung durch vorsichtiges Umrühren mit einem Platindraht beschleunigen kann. Ist die Menge des Niederschlags nicht allzu gross und ist demselben nicht allzuviel Nitroso- $\beta$ -Naphthol beigemischt, so kann man auf diese Weise ohne jeden Verlust veraschen.

Bei der Trennung des Kobalts vom Nickel haben R. Fischer<sup>1)</sup> und C. Krauss<sup>2)</sup> günstige Resultate erhalten. Die Beobachtung von Krauss, dass bei dem Glühen des Nitroso- $\beta$ -Naphtholkobalts das Kobalt mit der Kohle anscheinend eine Verbindung eingeht, welche selbst durch Glühen vor dem Gebläse nicht zerstört wird, fand v. Knorre durch seine Versuche nicht bestätigt. Verfährt man bei dem Veraschen des noch feuchten Niederschlags, wie oben angegeben, und erhitzt nach erfolgter Zersetzung der organischen Substanz sofort bei Luftzutritt im heissesten Theil der Flamme, so erzielt man auch ohne Benutzung des Gebläses eine vollständige Verbrennung der Kohle.

Will man kleinere Mengen von Nitroso- $\beta$ -Naphtholkobalt durch starkes Glühen bei Luftzutritt in Kobaltoxyduloxyd überführen und als solches wägen, so darf man den Platintiegel nur in dem oberen Theil

---

<sup>1)</sup> Beiträge zur Trennung von Nickel und Kobalt. Inaugural-Dissertation, Berlin, 1888.

<sup>2)</sup> Diese Zeitschrift **30**, 241.

der Flamme zum Glühen erhitzen, da sonst durch Einwirkung reducirender Gase leicht Oxyde mit geringerem Sauerstoffgehalte entstehen.

Nach v. Knorre, welcher zahlreiche Analysen von käuflichen Nickelproben ausgeführt hat, kommen als gewöhnliche Beimengungen des Nickels vor allem in Betracht Kieselsäure im Würfelnickel und Silicium im geschmolzenen Nickel, Kupfer, Eisen und Kobalt, seltener Schwefel, Kohlenstoff, Mangan u. s. w. Ausserdem finden sich zuweilen geringe Mengen von Magnesium, da beim Schmelzen des Nickels am Schlusse der Schmelzung häufig etwas Magnesium zugesetzt wird.

Aus dem mitgetheilten Analysengang ist hervorzuheben, dass der Verfasser bei der elektrolytischen Abscheidung von Nickel und Kobalt vorzieht, die stark ammoniakalische Lösung mit 5 g Natriumsulfat zu versetzen, da sich bei Verwendung von Ammoniumsulfat in Gegenwart beträchtlicherer Mengen von Nickelsulfat leicht das etwas schwer lösliche Doppelsalz  $\text{NiSO}_4 + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 6\text{H}_2\text{O}$  ausscheidet. In der bei der Elektrolyse zurückbleibenden Flüssigkeit kann dann die Bestimmung des Magnesiums vorgenommen werden. Nach dem Wägen wird das abgeschiedene Nickel und Kobalt in Salpetersäure gelöst, die Lösung mit überschüssiger Schwefelsäure verdampft und in der mit Salzsäure versetzten Lösung des Nickel- und Kobaltsulfats die Fällung des Kobalts mit Nitroso- $\beta$ -Naphtol in bekannter Weise vorgenommen.

Rob. Burgass<sup>1)</sup> schlägt vor, das Kobalt und Eisen<sup>2)</sup> zugleich durch Nitroso- $\beta$ -Naphtol zu fällen, die Summe der Oxyde zu wägen, alsdann nach Auflösung der letzteren das Eisen zu bestimmen und das Kobalt aus der Differenz zu berechnen.

Man verwendet zweckmässig nicht mehr wie 0,2—0,25 g Substanz, versetzt die das Eisen und Kobalt als Sulfate oder Chloride enthaltende Lösung, falls noch keine freie Salzsäure zugegen, mit 2—3 cc Salzsäure und gibt weiter 10—20 cc Essigsäure hinzu. Dann erhitzt man zum Kochen, lässt auf etwa 95° C. abkühlen und fügt eine heisse Lösung von Nitroso- $\beta$ -Naphtol in 50procentiger Essigsäure hinzu, bis kein Niederschlag mehr entsteht. Nachdem man sich durch nochmalige Prüfung der erkalteten Lösung überzeugt hat, dass die Ausfällung beendet ist, wobei man sich jedoch durch etwa ausfallendes Nitroso- $\beta$ -Naphtol nicht täuschen lassen darf, kann man den Niederschlag ab-

---

1) Zeitschrift f. angew. Chemie 1896, S. 596.

2) Dasselbe muss als Oxyd vorhanden sein.

filtriren und zuerst mit schwach salzsäurehaltigem Wasser, dann mit heissem Wasser auswaschen. Bei dem Veraschen des Niederschlags verfährt Burgass im Wesentlichen so, wie dies oben beschrieben ist. Um in dem gewogenen Glührückstande, welcher aus Eisenoxyd und Kobaltoxyduloxyd besteht, den Gehalt an Eisenoxyd zu bestimmen, löst man den Rückstand in Salzsäure und bewirkt die Abscheidung des Eisens durch Fällung mit Natriumacetat oder Ammon. Man löst den Niederschlag nach dem Abfiltriren und Auswaschen in Salzsäure, fällt noch zwei- bis dreimal mit Ammon und erhält nun nach dem Glühen reines Eisenoxyd. Eben so gut lässt sich das Eisen auch nach der Reduction titrimetrisch bestimmen. Das Kobalt ergibt sich hierbei mit genügender Sicherheit aus der Differenz, doch kann dasselbe auch leicht aus dem mit Essigsäure angesäuerten Filtrate durch abermalige Fällung mit Nitroso- $\beta$ -Naphthol zur Bestimmung abgeschieden werden.

Burgass hat weiter das Verhalten des Nitroso- $\beta$ -Naphthols zu Antimon und Arsen studirt.

Wird eine neutrale Lösung von Antimon nach vorherigem Zufügen von Essigsäure heiss mit Nitroso- $\beta$ -Naphthol versetzt, so erweist sich der beim Erkalten entstehende Niederschlag als fast reines Nitroso- $\beta$ -Naphthol und enthält nur minimale Mengen Antimon.

Versetzt man die Lösung zuvor mit einigen Tropfen Salzsäure und, um das sich bildende Antimonoxychlorid aufzulösen oder dessen Bildung zu verhindern, mit 5—10 cc Weinsäurelösung (1:5), so bleibt das Antimon vollständig in Lösung und der im Platintiegel geglühte Niederschlag verbrennt ohne Rückstand. Die Vermuthung, auf diese Weise die durch Nitroso- $\beta$ -Naphthol fällbaren Metalle von Antimon trennen zu können, wurde durch eine Reihe von Analysen bestätigt, bei denen das Antimon zum Theil in grösseren Mengen als das zu fällende Metall vorhanden war. Das Antimon, welches sowohl als Antimonsäure wie als antimonige Säure zugegen war, blieb bei Fällungen von Eisen, Kobalt und Kupfer vollständig in Lösung, und die geglühten Oxyde liessen nach Auflösung derselben in Säuren keinerlei Reactionen auf Antimon erkennen. Auch die Gegenwart grösserer Mengen von freier Phosphorsäure störte bei Fällungen des Kupfers und Kobalts den Gang der Analyse nicht.

Die Trennung des Kobalts, Kupfers und Eisens vom Antimon, mögen sie einzeln oder in ihrer Gesammtheit zugegen sein, ist in der Weise vorzunehmen, dass man die mit wenigen

Tropfen Salzsäure angesäuerte Lösung (beim Kobalt ist eine reichlichere Menge nicht schädlich) mit etwa 10 cc Weinsäurelösung (1:5) versetzt, 10 cc Essigsäure hinzufügt und kurze Zeit aufkocht. Man versetzt nun mit der nöthigen Menge Nitroso- $\beta$ -Naphthollösung und lässt das Ganze erkalten. Die Niederschläge sind kalt zu filtriren und mit stark verdünnter Weinsäurelösung, darauf mit heissem Wasser auszuwaschen. Das Auswaschen der Niederschläge erfordert besondere Aufmerksamkeit. Um das Ausfallen des Antimons als Hydroxyd oder Oxychlorid zu verhindern, verwende man kleine Mengen heissen Wassers, dem man reichlich Weinsäurelösung (1:5) und einige Tropfen Salzsäure zuzusetzen hat. Es ist erforderlich, dass die zu fällenden Metalle als Chloride oder Sulfate in Lösung sind. Salpetersäure wirkt stark lösend auf die Niederschläge; Nitrate sind deshalb umzuwandeln, am besten in die entsprechenden Chloride. Auch thut man gut, die das Chlorid oder Sulfat enthaltende Lösung vorher durch Eindampfen auf ein geringes Volumen zu bringen und annähernd, falls freie Mineralsäure vorhanden, zu neutralisiren. Bei der Fällung des Eisens sind alsdann auf 100 cc der Lösung höchstens 4—5 cc Salzsäure von 1,12 specifischem Gewicht hinzuzufügen, beim Kupfer nur einige Tropfen, während beim Kobalt 10 cc auf 100 cc Lösung statthaft sind.

Das in Lösung gebliebene Antimon reagirt auf Schwefelwasserstoff, ist jedoch als Schwefelantimon ohne weiteres nicht bestimmbar, da dieses durch ausgeschiedenes Nitroso- $\beta$ -Naphtol verunreinigt ist. Man behandelt daher das Schwefelantimon sammt dem ausgeschiedenen Nitroso- $\beta$ -Naphtol mit rauchender Salpetersäure, wobei heftige Reaction eintritt.

Es ergibt sich anfangs Antimonsäure und pulverförmig ausgeschiedener Schwefel, während das Nitroso- $\beta$ -Naphtol zersetzt wird, und später beim Eindampfen zur Trockne Antimonsäure und Schwefelsäurehydrat. Nach dem Glühen im Porzellantiegel resultirt dann reines, antimonsaures Antimonoxyd, welches zu wägen ist.

Eine Probe von Bournonit, welche Blei, Antimon und Kupfer enthält, wurde auf ihren Gehalt an Kupfer untersucht, indem durch rothe rauchende Salpetersäure oxydirt wurde. Nach dem Verjagen der freien Salpetersäure und Ueberführung des Kupfernitrats in das Chlorid, konnte das Kupfer durch Nitroso- $\beta$ -Naphtol abgeschieden werden, wobei das in die Lösung übergegangene Blei und Antimon auch weiter gelöst blieb. Die auf diese Weise gefundene Menge Kupfer stimmte mit dem bekannten Gehalte überein.

Bei der Untersuchung einer Bronze, welche aus Kupfer, Antimon und Zink zusammengesetzt war, wurde ebenfalls mit concentrirter Salpetersäure behandelt, auf dem Wasserbade eingedampft, mit Wasser aufgenommen und filtrirt. Hieräuf wurde das in Lösung befindliche Kupfer bei Gegenwart von Zink in das entsprechende Chlorid verwandelt und dieses, unbeschadet des zum Theil noch gelösten Antimons, in bekannter Weise durch das Nitroso- $\beta$ -Naphtol gefällt und bestimmt. Der gefundene Procentgehalt stimmte mit dem nach anderen zuverlässigen Methoden gefundenen Resultate überein.

Ist das Antimon als antimonige Säure zugegen, so sind die Resultate etwas ungenauer. Es empfiehlt sich daher, die antimonige Säure durch Kaliumchlorat unter Hinzufügen von Salzsäure vorsichtig zu oxydiren.

Burgass fasst die für das Gelingen erforderlichen Bedingungen folgendermaassen zusammen:

Es ist höchstens 0,3 g der zu fällenden Substanz anzuwenden und die Gegenwart einer genügenden Menge freier 50 procentiger Essigsäure nöthig, um das Nitroso- $\beta$ -Naphtol wirksam zu erhalten. Die Fällung ist heiss, bei 95° C., vorzunehmen. Um das Antimon in Lösung zu erhalten, hat man 10—15 cc Weinsäurelösung hinzuzusetzen. Das Auswaschen geschieht mit nicht zu viel heissem Wasser, dem man reichlich Weinsäure und einige Tropfen Salzsäure zugegeben hat, dann mit Wasser allein. Beim Auswaschen ist es vortheilhaft, den Niederschlag an der Wand des Filters zu vertheilen, da dann das Veraschen im Tiegel leichter vor sich geht, als wenn derselbe zusammengeballt ist. Der Niederschlag sammt Filter wird in feuchtem Zustande in den Tiegel gebracht, zuerst unter Luftabschluss zersetzt und dann unter Luftzutritt geglüht.

Wird eine neutrale Lösung von Natriumarsenat mit einer Lösung von Nitroso- $\beta$ -Naphtol in heisser 50 procentiger Essigsäure versetzt, so lässt die Marsh'sche Probe in dem beim Erkalten entstehenden geringen Niederschlage eine schwache Reaction auf Arsen erkennen. Die Reaction ist jedoch nicht mehr wahrnehmbar, wenn die Lösung des Natriumarsenats einige Tropfen Salzsäure enthält. Das gleiche Verhalten zeigt eine salzsaure Lösung von arseniger Säure. Der Verfasser versuchte daher die Abscheidung von Kupfer, Eisen und Kobalt mit Nitroso- $\beta$ -Naphtol bei Gegenwart von arseniger Säure oder Arsensäure. Die Fällung ging stets glatt von statten und in den bei den verschiedensten Versuchen gesammelten Niederschlägen war mittelst der

Marsh'schen Probe kein Arsen nachzuweisen. Die Trennung des Kupfers, Kobalts oder Eisens vom Arsen ist nun in ganz analoger Weise auszuführen wie die vom Antimon. Die das betreffende Metall oder auch mehrere Metalle neben Arsen enthaltende Lösung ist mit Salzsäure anzusäuern<sup>1)</sup> und durch eine essigsäure Lösung von Nitroso- $\beta$ -Naphthol zu fällen, nachdem man vorher 10—20 cc Essigsäure hinzugefügt hat. Der Niederschlag ist mit heissem Wasser, dem man 2—5 cc Salzsäure von 1,12 specifischem Gewicht zugefügt hat, und weiter mit heissem Wasser allein auszuwaschen und der noch feuchte Niederschlag im Platintiegel zu glühen. In dem Filtrate zeigt sich bei längerem Hindurchleiten von Schwefelwasserstoff ein Niederschlag von Arsentrisulfid, beziehungsweise Arsenpentasulfid. Die Fällung ist trotz der Gegenwart von Nitroso- $\beta$ -Naphthol eine vollständige. Das sich mit ausscheidende Nitroso- $\beta$ -Naphthol lässt jedoch eine Bestimmung des Arsens als Sulfid nicht zu. Um das Arsen im Filtrate zu bestimmen, schlägt der Verfasser daher vor, vorhandenes Arsen trioxyd durch Kaliumchlorat unter Hinzufügen von Salzsäure zu oxydiren, wobei sich das in Lösung befindliche und ausgeschiedene Nitroso- $\beta$ -Naphthol zersetzt, so dass die Flüssigkeit klar erscheint. Die klare Lösung versetzt man mit überschüssigem Ammoniak, dann mit Magnesiamischung und bestimmt das Arsen in bekannter Weise.

Auf die Thatsache, dass Kupfer, Kobalt und Eisen durch Nitroso- $\beta$ -Naphthol gefällt werden, während Arsen und Antimon in Lösung bleiben, lässt sich eine bequeme Trennungsmethode dieser fünf Metalle unter einander gründen. Die bisher üblichen Methoden, wie die vielfach gebräuchliche, von A. Classen vorgeschlagene Oxalsäuremethode und die Abscheidung des Kupfers auf elektrolytischem Wege neben Arsen und Antimon, sind sehr langwierig und mit Schwierigkeiten verknüpft.

Bei der Trennung des Kupfers von Antimon und Arsen mittelst Nitroso- $\beta$ -Naphthols scheidet man das Kupfer in der vorgeschriebenen Weise ab, worauf sich im Filtrate Arsen und Antimon nach der Bunsen'schen Methode nach Zersetzung des ausgeschiedenen Nitroso- $\beta$ -Naphthols trennen und, wie oben angeführt, bestimmen lassen. Ist auch Kobalt vorhanden, so sind Kupfer und Kobalt durch Nitroso-

---

<sup>1)</sup> Die Mengenverhältnisse sind genau die gleichen wie bei der Trennung vom Antimon.



$\beta$ -Naphthol zugleich zu fällen, die Summe der Oxyde ist dann zu wägen, worauf dieselben in Salzsäure zu lösen und nach bekannten Methoden zu trennen sind.

Eine bequeme Methode ist auch die Trennung des Eisens von Antimon oder Arsen oder von beiden zugleich, was nach den bisherigen Methoden namentlich dann Schwierigkeiten bietet, wenn auch Kupfer zugegen ist. Man fällt in diesem Falle Kupfer und Eisen zusammen durch Nitroso- $\beta$ -Naphthol und filtrirt den Niederschlag ab.

Während dann in dem Filtrate nach Zerstörung des Nitroso- $\beta$ -Naphthols Arsen und Antimon auf bekannte Weise getrennt und bestimmt werden können, ist der Gesamtrückstand des Kupfers und Eisens nach dem Glühen im Platintiegel zu wägen, dann in Salzsäure aufzulösen und das Kupfer als Schwefelkupfer zu bestimmen. Die Differenz gibt den Gehalt an Eisen an.

Nach den Untersuchungen über das Verhalten des Nitroso- $\beta$ -Naphthols zu den am häufigsten vorkommenden Metallen ist für analytische Zwecke folgendes hervorzuheben:

1. Es werden durch Nitroso- $\beta$ -Naphthol einzeln oder in ihrer Gesamtheit quantitativ gefällt: Kobalt, Kupfer, Eisen.
2. Es bleiben in Lösung: Quecksilber, Nickel, Chrom, Mangan, Blei, Zink, Aluminium, Cadmium, Magnesium, Calcium, Beryllium, Antimon, Arsen.
3. Es fallen zum Theil aus und wirken bei Fällungen mittelst Nitroso- $\beta$ -Naphthols störend: Silber, Zinn, Wismuth; dieselben sind daher vorher zu beseitigen als Chlorsilber, Zinnoxid und Wismuthoxychlorid.
4. Ebenso ist bei Fällung des Eisens die Phosphorsäure, bei Fällung des Eisens, Kobalts und Kupfers Wolframsäure und Molybdänsäure hinderlich.

**Ueber die Bestimmung des Kaliums als Perchlorat.** Die Bestimmung des Kaliums als Perchlorat nach der von Th. Schlösing<sup>1)</sup> vorgeschlagenen und von K. Kraut<sup>2)</sup> verbesserten Methode ist nicht in Aufnahme gekommen, da dieselbe nur ungenaue Resultate liefert.

W. Wense<sup>3)</sup>, welcher das Verfahren dadurch brauchbar gemacht hat, dass er die lösende Wirkung des Alkohols auf das Kaliumper-

<sup>1)</sup> Diese Zeitschrift **11**, 193.

<sup>2)</sup> Diese Zeitschrift **14**, 152.

<sup>3)</sup> Zeitschrift f. angew. Chemie 1891, S. 691 und 1892, S. 233.