

spat, 5 g entwässertem Kupfervitriol und 50 ccm konzentrierter Schwefelsäure beschickt wurde.

**Zur Wertbestimmung des Flussspats** wird von E. Bidtel<sup>1)</sup> die folgende Methode benutzt. 1 g der fein gepulverten Probe wird mit 10 ccm 10prozentiger Essigsäure in einem kleinen bedeckten Erlenmeyer-Kolben eine Stunde lang auf dem Wasserbade unter zeitweiligem Umschwenken erhitzt und dann filtriert. Der Rückstand wird viermal mit warmem Wasser gewaschen, das Filter eingäschert und der Glührückstand gewogen. Der Gewichtsverlust, von welchem als Korrektur für die Löslichkeit des Kalziumfluorids 0,0015 g in Abzug zu bringen sind, ergibt das Kalziumkarbonat, er kann jedoch auch kleine Mengen von Blei-, Zink- und Eisenkarbonat, sowie Kalziumsulfat einschliessen. Hierauf wird der Rückstand in einem Platintiegel mit etwa 1 g aufgeschlämmtem Quecksilberoxyd gemischt, zur Trockne verdampft und auf dunkle Rotglut erhitzt, um etwaiges Bleisulfid zu oxydieren. Nach dem Erkalten wird gewogen und der Tiegelinhalt einmal mit 2 ccm und zweimal mit je 1 ccm Flusssäure verdampft; dann wird mit einigen Tropfen Flusssäure und etwas mazeriertem Filtrierpapier behandelt, zur Fällung des Eisens mit einigen Tropfen Ammoniak versetzt, zur Trockne verdampft, bis zur dunklen Rotglut erhitzt und gewogen. Der Gewichtsverlust entspricht der Kieselsäure. Der Rückstand wird nun mit 2 ccm Flusssäure und einigen Kubikzentimetern Salpetersäure im bedeckten Tiegel 30 Minuten auf dem Wasserbade mäßig erwärmt, hierauf der Tiegeldeckel entfernt und der Inhalt zur Trockne gebracht. Ist der Rückstand nicht vollkommen weiss, so wird er nochmals mit Flusssäure zur Trockne verdampft. Dann digeriert man 30 Minuten auf dem Wasserbade mit einigen Tropfen Flusssäure und 10 ccm einer Ammoniumazetatlösung, zu deren Herstellung man 400 ccm 80prozentige Essigsäure mit Ammoniak neutralisiert, mit 20 g Zitronensäure versetzt und mit starkem Ammoniak zu 1 l auffüllt. Man filtriert, wäscht die ungelöste Substanz zuerst durch Dekantieren mit heissem Wasser, das etwas von der genannten Ammoniumazetatlösung enthält, und hierauf mit reinem, heissem Wasser aus, trocknet, glüht in demselben Tiegel und wägt. Der Rückstand soll aus reinem Kalziumfluorid bestehen, was durch Umwandlung desselben in Kalziumsulfat festzustellen ist. Die Methode ergab bei künstlichen Gemischen der berücksichtigten Substanzen mit dem Flussspat des Handels befriedigende Resultate.

<sup>1)</sup> Journ. Ind. Eng. Chem. **4**, 201; Journ. of the Soc. of Chem. Ind. **31**, 332.