

Triäthyltellurplatinchlorid $\text{Te}_2(\text{C}_4\text{H}_9)_3\text{Cl}$, PtCl_2 das Chlor und das Tellur zu bestimmen, fand aber, dass diese Bestimmungen mit grossen Schwierigkeiten verknüpft sind. Chlor soll sich vom Tellur auf die Art trennen lassen,*) dass man die salpetersaure Lösung mit verdünnter Schwefelsäure und salpetersaurem Silberoxyd versetzt, wobei nur Chlorsilber niedersinken soll. Verfasser fand jedoch, dass der Niederschlag auch Tellur enthielt.

Zur Trennung von Tellur und Platin**) soll man die concentrirte salzsaure Lösung mit Chlorammonium versetzen und das Platin als Ammoniumplatinchlorid bestimmen; führt man das aus, so erhält man beim Auswaschen mit Wasser jedenfalls einen Verlust an Platin, setzt man hingegen Alkohol zu, so behält man im Niederschlage Tellur, da Tellurchlorid und tellurige Säure in Alkohol unlöslich sind. Verfasser führte daher die Platinbestimmung in der Art aus, dass er die Substanz in einem gewogenen Porcellantiegel einige Zeit lang erwärmte, dann stark mittelst des Gebläses glühte, aus dem Rückstande die tellurige Säure mit Salzsäure auszog, nochmals heftig glühte und schliesslich den Tiegel sammt dem rückständigen Platin wog.

Zur Bestimmung der Phosphorsäure mittelst molybdänsauren Ammons. Seit W. Knop***) gezeigt hat, dass molybdänsaures Ammon unter Umständen, namentlich bei Gegenwart von viel Salmiak, mit Kieselsäure einen gelben Niederschlag geben kann, ganz ähnlich dem, den das molybdänsaure Ammon mit Phosphorsäure erzeugt, pflegt man bei Phosphorsäurebestimmungen vor der Fällung mit molybdänsaurem Ammon der Vorsicht halber die Kieselsäure abzuscheiden. Directe Versuche darüber, ob und wie sehr in der Lösung vorhandene Kieselsäure auf die Genauigkeit der Resultate der Phosphorsäurebestimmung influire, lagen bisher noch nicht vor und hat daher E. H. Jenkins†) zur Aufklärung des Sachverhaltes folgende Versuche ausgeführt.

Es wurden angewandt:

1) Eine Lösung von kieselsaurem Kali, dargestellt durch Erhitzen von mittelst Zersetzung von Fluorsilicium gewonnener Kieselsäure mit Kalilauge, mit Salpetersäure schwach angesäuert. In 50 CC. ent-

*) H. Rose, Handbuch der analyt. Chem. 6. Aufl. Bd. 2 p. 595.

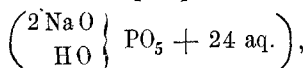
**) Fr. Sonnenschein quantit. Analyse p. 19.

***) Chem. Centralbl. [N. F.] 1, 691 und 861 (1857).

†) Journ. f. prakt. Chem. [N. F.] 13, 237.

hielt sie 0,2055 Grm. SiO_2 (eine Spur Phosphorsäure war nachzuweisen).

2) Eine Lösung von reinem phosphorsaurem Natron



welche in 50 CC. 0,1080 Grm. PO_5 enthielt.

Je 25 CC. dieser Lösung lieferten:

I. 0,0844 Grm. 2 MgO, PO_5 entsprechend 0,05398 Grm. PO_5 ,

II. 0,0845 « 2 MgO, PO_5 « 0,05400 « PO_5 .

Wechselnde Mengen der beiden Lösungen wurden vermischt und mit den Mischungen die Phosphorsäurebestimmung in bekannter Weise ausgeführt, indem man mit einer Lösung von molybdänsaurem Ammon fällte, den Niederschlag in Ammon löste und diese Lösung dann durch Magnesiamixtur fällte. *)

Angewandt		Gefunden
SiO_2	PO_5	PO_5
in Grammen		in Grammen
0,0492	0,0022	0,0023
0,0492	0,0108	0,0114
0,0492	0,0270	0,0267
0,0123	0,0540	0,0540
0,0246	0,0540	0,0547
0,0492	0,0540	0,0544
0,2055	0,0540	0,0538.

Ein weiterer Versuch wurde angestellt mit einer Lösung, welche enthielt:

0,2055 Grm. SiO_2	} + 25 CC. der phosphor- sauren Natronlösung
0,5000 « CaO, SO_3	
0,2000 « MgO	
0,1000 « Al_2O_3	
0,5000 « Fe_2O_3	

also 0,0540 Grm. PO_5 .

Gefunden wurde: 0,0544 Grm. PO_5 .

*) Die bei diesen Versuchen benutzten Lösungen von molybdänsaurem Ammon und Chlormagnesium waren nach der Vorschrift von Abesser, Jani und Märcker (vergl. diese Zeitschrift 12, 252) bereitet; auch die Bestimmungen wurden nach ihren Angaben ausgeführt.

Ferner wurde die Phosphorsäure in einer Lösung von phosphorsaurem Kalk, welche 0,0379 Grm. PO_5 enthielt, nach Zusatz von 0,3100 Grm. SiO_2 bestimmt und 0,0381 Grm. PO_5 gefunden.

Die von dem Verfasser erhaltenen Resultate zeigen, dass unter gewöhnlichen Umständen die Fällung der Phosphorsäure mittelst molybdänsauren Ammons durch Anwesenheit von Kieselsäure nicht beeinträchtigt wird und dass es daher nicht nöthig ist, die Kieselsäure vorher abzuscheiden.

Ueber die Austreibung des Schwefelwasserstoffs aus seiner wässerigen Lösung hat J. Volhard*) gelegentlich der Untersuchung des Schwefelwassers von Bir Keraui in der libyschen Wüste einige Versuche angestellt. Dieselben ergaben, dass der Schwefelwasserstoff aus seiner wässerigen Lösung durch Kochen nicht vollständig ausgetrieben werden kann, dass jedoch die Menge von Schwefelwasserstoff, welche nach längerem Kochen in dem Wasser zurückbleibt, äusserst gering ist, so dass man sie getrost vernachlässigen kann. Abgemessene Mengen Schwefelwasserstoffwasser von bekanntem Gehalt wurden in einem Kolben mit kleinem Rückflusskühler unter Durchleiten von reinem Wasserstoffgas und Verminderung des Druckes durch Anwendung einer Handluftpumpe einige Stunden im Sieden erhalten; das entweichende Gas musste durch ammoniakalische Silberlösung streichen. Das gefällte Schwefelsilber wurde entweder als Silber gewogen oder bei Anwendung bestimmter Volumina titrirter Silberlösung das noch in Lösung gebliebene Silber durch Titrirung mit Rhodanammonium bestimmt. Im Mittel vieler Bestimmungen wurden so aus 500 CC. Schwefelwassertoffwasser von 0,15 bis 0,2 pro mille Schwefelwasserstoffgehalt 95,7 bis 96,6 Procent des Schwefelwasserstoffes in der Vorlage wiedergefunden. Das rückständige Wasser entfärbte Jodlösung, mit Silberlösung färbte es sich braun.**)

Die gleichen Reactionen zeigte der Rückstand von Schwefelwasserstoffwasser, welches 4—5 Stunden lang am Rückflusskühler oder im offenen Kolben unter Ersatz des verdampfenden Wassers im Sieden erhalten wurde. Die zurückbleibende Schwefelwasserstoffmenge betrug un-

*) Sitzungsber. d. kgl. bayer. Akademie d. Wissensch. zu München 1875 p. 28.

**) Man erkennt dies namentlich deutlich, wenn man in eine Probirröhre einen Tropfen Silberlösung gibt, die Röhre mit dem gekochten Wasser anfüllt und dann von oben hineinsieht.