

gaben über diese Erfindung erhalten werden; noch weniger war es natürlich möglich, deren wirklichen Werth zu prüfen und muss es daher bei dieser Hinweisung bleiben. Auf eine im December an obige Firma gerichtete Anfrage bekam ich die Antwort, dass noch nicht alle Schwierigkeiten überwunden seien, und dass man mir später genauere Mittheilungen darüber machen werde.

#### Nachtrag zu No. I (Kochsalz).

Auf S. 569 (1889) habe ich der Gewinnung von Salz durch Einschneiden mittels Wasserstrahlen Erwähnung gethan, welches von der Gesellschaft Daguin & Cie. auf ihrer Saline St. Nicolas im Jahre 1861 eingeführt worden war, aber am 31. October 1873 den Zusammensturz des ganzen Baues herbeiführte. In der mir vorliegenden Schrift wird nicht direct behauptet, dass dieses System dort ursprünglich erfunden worden sei, sondern nur gesagt, dass es die Bewunderung der Beobachter erregt habe, und dass die meisten fremden Ingenieure zu seiner Besichtigung nach dem Salzwerk St. Nicolas gekommen seien. Aus gefälligen Mittheilungen von Herrn Dr. Focke in Aschersleben erfahre ich nun, dass die erwähnte Methode, welche man in den deutschen Bergwerken „Schlitzen“ nennt, schon vor 1856 zu Wilhelmsglück in Würtemberg angewendet und in diesem Jahre in Stassfurt eingeführt worden sei, wo es bis 1861 allgemein im Betrieb gewesen sei. Dann (also gerade zur Zeit seiner Einführung in dem Salzwerk von Daguin & Cie.) habe man es aufgegeben, weil die in dem dortigen Steinsalz vorkommenden Anhydritschnüre zur Durchbrechung unverhältnismässig viel Wasser erforderten. — Es wäre ja möglich, dass das „Schlitzen“ mit Wasser in reinem Steinsalz weniger gefährlich als in dem unreineren zu St. Nicolas ist, und darf ich mir überhaupt in bergmännischen Angelegenheiten kein Urtheil zumesen. Ich möchte aber doch darauf hindeuten, dass zu St. Nicolas der Einsturz des Baues erst nach 12 jährigem Betrieb erfolgte, und dass es demnach vielleicht doch ein Glück ist, dass man das „Schlitzen“ in Stassfurt nach 4 oder 5 jährigem Betriebe aufgegeben hat.

#### Die Bestimmung von Eisenoxyd und Thonerde in Rohphosphaten.

Von

A. Stutzer.

(Mittheilung aus der landw. Versuchsstation in Bonn.)

Die Bestimmung von Eisenoxyd und Thonerde in Rohphosphaten wird in neuerer Zeit sehr häufig verlangt und stimmen die diesbezüglichen, in verschiedenen Laboratorien vorgenommenen Analysen in der Regel nicht überein. Die Ursache dieser Differenzen liegt daran, dass sehr verschiedene, zum Theil unrichtige Methoden angewendet werden.

Meist verfährt man zunächst in der Weise, dass eine abgemessene Menge der Phosphatlösung durch Beigabe von Ammoniak alkalisch, dann durch Essigsäure sauer gemacht wird. Wäscht man den in Essigsäure nicht löslichen Niederschlag aus, so geht bekanntlich ein Theil der Phosphorsäure, welche mit Eisenoxyd und Thonerde verbunden war, ins Filtrat über, und ein basisches Eisen-Thonerde-Phosphat bleibt zurück. Um diesen Übelstand theilweise zu vermeiden, ist vorgeschlagen, den mit Wasser ausgewaschenen Niederschlag in Salzsäure zu lösen, die Flüssigkeit nun mit Phosphorsalz und Ammoniak zu versetzen, schliesslich durch Essigsäure sauer zu machen, den Niederschlag zu sammeln, ihn auszuwaschen, zu glühen, zu wägen und die Hälfte des Glührückstandes als Eisenoxyd + Thonerde in Anrechnung zu bringen. Nach meiner Ansicht ist bei diesem Verfahren die Möglichkeit einer Bildung von basischem Eisen-Thonerde-Phosphat keineswegs ausgeschlossen, der Niederschlag kann durch Kalksalze (z. B. von Fluorcalcium herrührend) verunreinigt sein, und das Verfahren, die Hälfte des Glührückstandes als aus Eisenoxyd + Thonerde bestehend anzunehmen, dürfte bei der Verschiedenheit der Molekulargewichte beider Verbindungen einen Anspruch auf wissenschaftliche Genauigkeit kaum machen können.

E. Glaser (d. Z. 1889 S. 636) glaubt eine bessere Methode empfehlen zu sollen, indem derselbe die Substanz in Salzsäure + Salpetersäure löst, der Lösung Schwefelsäure und soviel Alkohol hinzfügt, dass die Calcium- und Magnesium-Verbindungen ausgeschieden werden. Aus einem bestimmten Theil der Flüssigkeit verdunstet Glaser den Alkohol, fällt durch Zusatz von Ammoniak sämmtliches Eisenoxyd + Thonerde als Phosphate,

sammelt den Niederschlag, wäscht mit Wasser, wägt, glüht und bringt ebenfalls die Hälfte des Glührückstandes als Eisenoxyd + Thonerde in Anrechnung.

Es ist nicht zu verkennen, dass das Verfahren von Glaser, im Vergleich zu der vorhin angedeuteten Methode, wesentlich besser ist, indess kann ich aus den erwähnten Gründen mit der Bestimmung eines Gemenges von Eisenoxyd + Thonerde als Phosphate mich keineswegs befrieden und halte die Abscheidung und Wägung von Eisenoxyd und Thonerde, frei von Phosphorsäure oder von andern Verbindungen, für zuverlässiger und genauer. Nachstehend gestatte ich mir das Verfahren anzugeben, welches in unserem Laboratorium seit einer Reihe von Jahren bei Untersuchung von Rohphosphaten befolgt wird und genaue Resultate gibt.

Von der salzauren Lösung des Rohphosphates (5 g mit 50 cc Salzsäure von 1,12 sp. G. gekocht, dann mit Wasser zu 500 cc verdünnt) werden 100 cc (1 g der ursprünglichen Substanz entsprechend) pipettirt, durch Ammoniak alkalisch, dann durch Essigsäure schwach sauer gemacht. Das ausgeschiedene Eisen-Thonerde-Phosphat wird auf einem Faltenfilter gesammelt, die Wand des Becherglases einmal mit Wasser abgespritzt und dieses Wasser ebenfalls auf das Filter gegossen. Nach völligem Abtropfen der Flüssigkeit werfen wir das Filter nebst Inhalt in das vorhin benutzte Becherglas, giessen 150 cc Molybdänlösung hinzu, rühren die Mischung entweder 5 Minuten lang mittels eines mechanischen, durch eine Turbine getriebenen Rührapparates, oder wir erwärmen die Mischung einige Zeit im Wasserbade. Jetzt wird der gelbe, aus phosphormolybdänsaurem Ammon bestehende Niederschlag abfiltrirt, das Filtrat durch Ammoniak schwach alkalisch gemacht und 10 Minuten lang im Wasserbade erwärmt. Man sammelt Eisenoxyd + Thonerde auf einem kleinen Filter. Bisweilen ist der Niederschlag durch geringe Mengen von Molybdänsäure verunreinigt, und lösen wir zur völligen Entfernung derselben nochmals in Salzsäure, fällen in gleicher Weise wie vorhin durch Zusatz von Ammoniak und erhalten nun Eisenoxyd + Thonerde völlig frei von allen Beimengungen.

## Über die Bestimmung des spezifischen Gewichtes von zähflüssigem, schaumigem Syrup und dgl.

Von

Dr. Ad. Genieser.

An den technischen Chemiker tritt in der Praxis häufig die Notwendigkeit heran, behufs Quotientenermittlung und dgl. das spec. Gew. von Melassen und ähnlichen zähflüssigen, viel Luftbläschen enthaltenden Syrupen zu ermitteln. Nun ist es aber That-sache, dass zwei derartige von verschiedenen Chemikern, oder sogar von demselben Chemiker (unabhängig von einander) ausgeführte Untersuchungen fast niemals genau übereinstimmen, was häufig zu Weitläufigkeiten und Missverständnissen führt. Aus diesem Anlass untersuchte Verf. schon vor längerer Zeit die am meisten in der Praxis angewandten Methoden der spezifischen Gewichtsbestimmung derartiger Syrups auf ihre Fehlerquellen, um diese möglichst beseitigen zu können.

Die Entlüftung eines schaumigen Syrups wird gewöhnlich in der Weise ausgeführt, dass man denselben in einem durch Glasstab verschlossenen Trichter längere oder kürzere Zeit im Wasserbade erhitzt. Zahlreiche Versuche mit verschiedenen schaumigen Ablaufsyrupen und dgl. ergaben, dass die Entlüftung auf diese Weise äusserst selten vollkommen ist; selbst nach 8 stündigem Erhitzen bis auf 100° zeigten fast alle Syrupe in dünnem Strahl durch die Lupe betrachtet, noch recht zahlreiche Luftbläschen, außerdem zeigte auch die Gewichtsbestimmung vor und nach dem Erhitzen, dass schon nach kurzer Erwärmungsdauer ( $\frac{1}{2}$  Stunde) merkbarer Wasserverlust eingetreten war, mithin dieses Verfahren für genauere Bestimmungen unbrauchbar ist. Durch folgendes Verfahren werden dagegen stets unter sich übereinstimmende und fast wissenschaftlich genaue Resultate erzielt.

Von dem durch mässiges Erwärmen dünnflüssig gemachten und mittels Durchseihen durch ein Drahtnetz von Unreinigkeiten befreiten Syrup wird ein Pyknometer ungefähr  $\frac{2}{3}$  gefüllt und nach dem Erkalten gewogen. Es wiege z. B. leer 24,6506 g, mit Syrup 79,4420 g, enthält mithin 54,7914 g Syrup. Das Pyknometer wird alsdann vorsichtig in einem Ölbad oder besser Salzbade (von derartiger Concentration, dass seine Siedetemperatur etwas höher als die des Syrups ist) bis zum vollständigen Kochen