

Mineral	Vorkommen	Chemische Zusammensetzung				Jahr der Ana- lyse	Autor der Analyse	Litteratur
		Cerit- erden	Ytter- erden	Tho- rium	Zir- kon			
Monazitsand	Bahia	53,0	1,2	1,2	—	1895	Gray	Chem.-Ztg. 1895, 706.
do.	Minas Geraes	51,0	2,2	2,4	—	1895	do.	do.
do.	Rio Chico	53,0	3,2	4,8	—	1895	do.	do.
do.	Villa Bella	62,4	4,4	5,3	—	1895	do.	do.
do.	Gojaz	61,1	5,1	7,6	—	1895	do.	do.
do.	Nord Carolina	40,86	+ Zr. 13,98	1,43	s. Ytt.	1896	Glaser	Chem.-Ztg. 1896, 614.
do.	Shelly Nord Carolina	63,8	s. Zr.	2,32	+ Ytt. 1,52	1896	do.	do.
do.	Bellewood Nord Carolina	59,09	s. Zr.	1,19	+ Ytt. 2,68	1896	do.	do.
do.	Boise City Idaho	46,8	1,2	—	—	1897	Hillebrand	Bei Lindgren, Am. Journ. Sci. [3] 63 u. Annuel Report. U.S. Geol. Survey Part III. 673.
do.	Nord Carolina	77,0	0,48	2,42	5,75	1898	Boudouard	Bull. Soc. chim. Paris (3) 19, 10—15.

### Extractionsapparat für auf dem Filter befindliche Niederschläge.

Von A. Gwiggner.

Bei manchen analytischen Operationen, in denen Gang die Ausführung einer Extraction nothwendig wird, ist es angenehm und wünschenswerth, das den Niederschlag enthaltende Filter möglichst unberührt im Trichter lassen zu können, wodurch Verlusten, die bei einer Übertragung aus dem Trichter und Einbringung des zusammengelegten Filters in die Extractionsapparate der geläufigen Constructionen, sowie auch wieder bei nachherigem Einsetzen des Filters in den Analysentrichter entstehen können, ganz vorgebeugt wird. Insbesondere kann ein derartiger Apparat mit unleugbarem Vortheile zur Extraction des Schwefels, welcher den mit Säuren aus alkalischer Sulfidlösung gefällten Sulfiden stets beigemengt ist, verwendet werden, ebenso des Schwefels, welcher dem aus Arsen-chlorürlösung gefällten Arsensulfür unter Umständen beigemischt sein kann u. dergl.; überhaupt bei vielen Eingangs erwähnten analytischen Arbeiten.

Leicht, bequem und äusserst reinlich arbeitet in dieser Beziehung der im Nachfolgenden beschriebene Apparat. Das Prinzip desselben ist: warme Extraction und innere Kühlung. Er besteht, wie aus nebenstehender Zeichnung (Fig. 1) ersichtlich ist, aus dem ca. 130 ccm fassenden Kölbchen, dem in dasselbe eingeschliffenen Extractionstrichter und dem vernickelten Metallkühler, welcher dem breiten, abgeschliffenen Rande des Apparates aufliegt. Die Höhe des cylindrischen Theiles des Extractionstrichters beträgt ungefähr 70 mm, der Durchmesser 80 mm; der conische

Theil, welcher drei durch Einbuchtungen hergestellte Glasspitzen zur Auflage des Analysentrichters besitzt, ist etwa 40 mm hoch und beträgt die Gesamthöhe 200 mm. Der Analysentrichter ist langstengelig und sammt Stengel ungefähr 205 mm hoch. Der Kühler ist dem vorzüglichen Donath-schen metallenen Innenkühler (Z. f. angew. Chemie, 1892, S. 356) nachgebildet, jedoch für obige Zwecke entsprechend abgeändert. Durch die Verbreiterung ist eine Verkürzung des Kühlers möglich geworden und durch Scheidewände in demselben dem Kühlwasser ein längerer Weg gewiesen.

Um den Apparat wenigstens für die gebräuchlichsten Analysentrichter- und Filtergrössen verwendbar zu machen, sind die Tropf spitzen des Kühlers an besonderen Ringen, welche mittelst

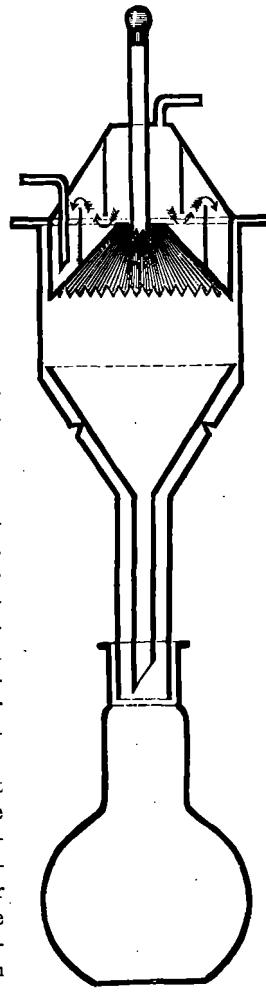


Fig. 1.

Bajonettverschluss am Kühler aufgeschoben und befestigt werden können, angebracht und in zwei bis drei Längen ausgeführt. Die nebenstehende Zeichnung zeigt nur die Tropfspitzen für die grössten Filter, bez. Trichter von 75—80 mm Durchmesser; für die kleineren Filter sind die Spitzen entsprechend länger und nach innen geneigt, so dass das Condensat immer auf den Filterrand tropft. Die Höhe des zusammengestellten Apparates beträgt etwa 350 mm.

Die Handhabung dieses Extractionsapparates ist nun folgende: Nachdem das Kölbchen mit der Extractionsflüssigkeit beschickt ist, wird der das Filter enthaltende Analysentrichter<sup>1)</sup> in den auf dem Arbeitsstische aufgestellten Extractions- trichter eingestellt — da der letztere eine um

ca. 5 mm geringere Höhe besitzt, ragt der Analysentrichter noch etwas hervor — und dieser langsam gehoben, bis der Filtrirtrichter sanft auf die Glasspitzen aufgesetzt ist, durch leichtes Einreiben mit dem Kölbchen verbunden und der Kühler aufgelegt. Die Entnahme des Trichters hat ebenso vorsichtig zu geschehen. Als Sicherheitsventil funktionirt ein oben am Kühler eingelegtes, gestieltes und vernickeltes Metallkugelchen. Bei den grössten Analysentrichtern mit 80 mm Durchmesser kann durch Kerben am Trichterrande den Dämpfern ein ausreichender Durchgang geschaffen werden.

Als Bezugquelle ist die Wiener Firma W. J. Rohrbeck's Nachfolger zu nennen.

Erzh. chem. Laboratorium Trzynietz.

## Referate.

### Analytische Chemie.

**C. Stiepel.** Apparat zur Bestimmung des ablöschen Kalkes in gebrannten Kalksteinen. (Z. d. Ver. d. deutsch. Zuckerind. 1901, 897.)

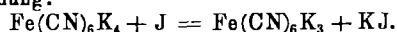
Der Werth eines gebrannten Kalksteines hängt bekanntlich von der in ihm enthaltenen Menge ablöschen Kalkes ab. Von den Beimengungen, welche in den Kalksteinen vorkommen, ist es vor allem die Kieselsäure, welche durch den Brennprocess je nach der Art des Vorhandenseins sich mit einem mehr oder weniger grossen Theil des Kalkes zu nicht ablöschen Calciumsilicaten verbindet. Wenngleich nun eine Analyse des Kalksteins darüber Aufschluss giebt, ob derselbe überhaupt für bestimmte Zwecke verwendbar ist, so lässt sich aus derselben doch nicht ohne Weiteres ersehen, welcher Antheil des vorhandenen Kalkes im gebrannten Kalk wirklich als Calciumoxyd ausnutzbar ist und wieviel durch die Beimengungen bei dem Brennprocess durch Silicatbildung verloren geht. Nachfolgend beschriebener Apparat — ein Calorimeter — ist dazu bestimmt, diese Lücke auszufüllen, da mittels desselben leicht und schnell diese Bestimmungen mit genügender Genauigkeit ausgeführt werden können. Das theoretische Prinzip des Calorimeters ist die Erscheinung, dass sich Ätzkalk mit Wasser unter starker Wärmeentwicklung ablöscht. Der Apparat besteht zunächst aus zwei in einander gesetzten cylindrischen Hohlkörpern aus Hartgummi. Der innere Cylinder nimmt ein Becherglas auf, in welchem die Ablösung vorgenommen wird. Verschlossen wird das Ganze durch einen Deckel, gleichfalls aus Hartgummi, welcher vermittelst Bajonett-Verschluss sich festlegt. Der Deckel hat zudem zwei Durchbohrungen und zwar eine für das Thermometer und eine zweite für ein Rührwerk. Letzteres dient zugleich zur Aufnahme des abzulöschen Kalkes. Das Thermometer besitzt eine eigne Construction. Dasselbe hat eine Scala, welche nicht

in Grade Celsius eingetheilt ist, sondern derart, dass beim Ablöschen der für jeden Apparat genau bestimmten Menge reinen Calciumoxyds in 50 ccm Wasser das vor dem Versuch auf die Null-Marke eingestellte Thermometer bis zur Hundert-Marke steigt. Diese Strecke ist in 100 Theile getheilt, so dass ein Theilstrich einem Procent Calciumoxyd entspricht. Die Scala ist zudem durch eine besondere Vorrichtung im Thermometer beweglich angebracht, so dass man leicht den Nullpunkt in die Höhe des Quecksilberfadens des Thermometers einstellen kann. Die Ausführung einer Bestimmung nimmt ca. 15 Minuten in Anspruch. S.

**E. Rupp und A. Schiedt.** Ueber die Jodometrie von Ferro- und Ferri-Cyaniden. (Berichte 35, 2430.)

Gelbes Blutlaugensalz wird bekanntlich meist durch Titration mit Permanganat in schwefelsaurer Lösung bestimmt. Die Methode leidet aber an dem Übelstand, dass, wenn man nicht in sehr verdünnter Lösung arbeitet, die Mischung sich zuerst milchig trübt, dann bläulichgrün wird und erst über diese Färbung hinans den röthlichen Ton der Permanganatlösung annimmt. Dadurch wird das Verfahren unsicher, und Fehler sind selbst dann schwierig zu vermeiden, wenn man den Titer der Permanganatlösung auf reines Blutlaugensalz stellt.

Man vermeidet diese Übelstände, wenn man die Ferrocyanalze jodometrisch bestimmt, d. h., wenn man die Lösung mit einem Überschuss von titrirter Jodlösung versetzt und das unverbrauchte Jod mit Thiosulfat zurückmisst. Jod oxydirt das Ferrocyanalz zu Ferricyanalsalz im Sinne der Gleichung:



Die Oxydation geht nicht momentan vor sich und erfordert in alkalischer und saurer Lösung verschiedene lange Zeit. Am besten operirt man in bicarbonat-alkalischer Lösung, in der bei Verwendung von ca. 0,4 g Ferrocyanalium und 20 ccm  $\frac{1}{10}$  N.-Jodlösung (etwa dem doppelten der erforderlichen Menge) die Umwandlung in Ferricyanalium in 15 Minuten vollendet war. Die Operation ist, um ein Verdunsten des über-

<sup>1)</sup> In der Zeichnung ist der Analysentrichter etwas zu kurz gezeichnet, das Stengelende ragt nämlich noch etwas in das Kölbchen hinein.