

meiden, indem dadurch ein kleiner Verlust veranlasst wird. Das ausgewaschene Chlorbaryum wird erst bei niedererer Temperatur, dann bei 150 bis 200° C. getrocknet und gewogen.

Löst man nach Beendigung einer Bestimmung das gewogene Chlorbaryum auf dem Filter in Wasser, so ist nach dem Glühen der Tiegel samt Filter wieder zu einer neuen Bestimmung bereit, ohne dass ein nochmaliges Wägen desselben nöthig ist. Damit die Dämpfe der concentrirten Salzsäure nicht belästigen, nimmt man die Operation unter einem guten Dunstabzuge vor, unter welchem sich ohne Gefahr eine Flamme anbringen lässt.

Die Methode ist genau und rasch ausführbar. In Gegenwart von Chlorbaryum und Chlorcalcium ist dieselbe für alle Verhältnisse anwendbar, da letzteres nicht die geringste Neigung zeigt mit dem Chlorbaryum niederzufallen. Es lassen sich noch mit Genauigkeit 0,01 g Chlorbaryum neben 3 g Chlorcalcium abscheiden. Dagegen empfiehlt der Verfasser bei der Trennung des Chlorbaryums vom Chlormagnesium die Abscheidung zu wiederholen, wenn mehr wie 3 g Chlormagnesium in 30 cc Lösung vorhanden sind.

Zur Bestimmung des Antimons und dessen Oxydationszustandes wenden F. A. Gooch und H. W. Gruener¹⁾ eine ähnliche Methode an wie F. A. Gooch und P. E. Browning²⁾ zur Bestimmung der Arsensäure.

Man bringt die Lösung der Antimonsalze, welche das Antimon in Form von Antimonoxyd und Antimonsäure enthalten, in einen Erlenmeyer'schen Kolben von etwa 300 cc Inhalt; Antimonoxyd und Antimonsäure sollen im Gesammten etwa 0,2 g Antimonoxyd entsprechen. Nach Zufügen von einem Gramm Weinsteinsäure, welchen man zuvor in überschüssigem Natriumbicarbonat gelöst hat, wird mit einer $\frac{1}{10}$ -Normal-Jodlösung unter Anwendung von Stärkekleister titrirt. Durch diese Titration wird die Menge des vorhandenen Antimonoxyds bestimmt und dasselbe in Antimonsäure übergeführt. Hierauf werden 4 g Weinsteinsäure zugegeben und, falls die Lösung noch alkalisch reagirt, weiter verdünnte Schwefelsäure bis zur schwach sauren Reaction. Nachdem man jetzt 10 cc verdünnte Schwefelsäure (1 : 1) und so viel Jodkalium zugefügt hat, dass die gebildete Jodwasserstoffsäure etwas mehr wie

1) American Journal of Science 42, 213; von den Verfassern eingesandt.

2) Diese Zeitschrift 31, 318.

einem Gramm Jodkalium entspricht, verdünnt man auf 100 cc und kocht die Flüssigkeit bis auf 50 cc ein. Die Jodwasserstoffsäure reducirt die vorhandene Antimonsäure zu Antimonoxyd, und das gleichzeitig abgeschiedene freie Jod wird durch das Einkochen ausgetrieben. Bei dem Einkochen gebraucht man die Vorsicht, eine Platinspirale in die Flüssigkeit zu bringen und in den Hals des Kolbens eine abgeschnittene, zweikugelige Chlorcalciumröhre einzuhängen. Zeigt die Flüssigkeit nach dem Einkochen noch eine schwache Jodfärbung, so wird dieselbe mit Hülfe einer verdünnten Lösung von schwefliger Säure (annähernd $\frac{1}{100}$ normal) vorsichtig entfernt. Die Flüssigkeit wird hierauf mit Natronlauge nahezu neutralisirt, mit einem Ueberschuss von gesättigter Natriumbicarbonatlösung (20 cc) versetzt und nach dem Erkalten in Gegenwart von etwas Stärkekleister mit Jodlösung titrirt. Diese letzte Titration ergibt natürlich die gesammte Menge des vorhandenen Antimons, und aus der Differenz beider Titrationsen lässt sich die Menge der ursprünglich vorhandenen Antimonsäure berechnen.

Die angewandte Jodlösung muss auf reinen Brechweinstein eingestellt werden, da die Bestimmung des Antimons zu hohe Resultate liefert, wenn der Wirkungswerth der Jodlösung in anderer Weise festgestellt wird.

Aus den von den Verfassern mitgetheilten Versuchen geht hervor, dass die Methode bei Anwendung von etwa 0,2 g Antimonoxyd Resultate lieferte, welche von $-0,0009$ bis $+0,0006$ g differirten. Das Einkochen der Flüssigkeit musste bis zu einem Volumen von etwa 55 oder 50 cc fortgesetzt werden; ein weiteres Einkochen erschien jedoch bedenklich, da alsdann in der Flüssigkeit Antimonverbindungen sich abschieden, und an der Kugelröhre ein Sublimat auftrat. Bei Anwendung von kleineren Antimonmengen (0,02 g Antimonoxyd) genügte es, wenn die Flüssigkeit bis auf ein Volumen von 60 cc eingekocht wurde, doch musste auch hier die oben angegebene Menge Jodkalium (1 g) zugefügt werden.

Die Verfasser versuchten weiter nach der besprochenen Methode Antimon und Arsen zusammen zu bestimmen. Hierbei bereitete jedoch die Berechnung gewisse Schwierigkeiten, da das Einstellen der Jodlösung auf arsenige Säure oder auf Brechweinstein nicht zu gleichen Resultaten führte.

Zur Trennung von Antimon und Arsen nach der von E. Fischer¹⁾ vorgeschlagenen Methode werden die Chlorverbindungen beider Metalle

¹⁾ Diese Zeitschrift 21, 266.