

Was nun die Methode des Hrn. Fresenius betrifft, den Schwefelwasserstoffgehalt eines Mineralwassers durch den blossen Geruch zu constatiren, so kann dieselbe leicht zu Täuschungen Anlass geben.

Die Birresborner Brunnengesellschaft hat im vergangenen Herbst die von mir angeführte Mofette ¹⁾ gegenüber dem Birresborner Brunnenhause auf dem andern Ufer der Kyll im Gerolsteiner Hochwalde gekauft und dieselbe auf geeigneten Weise fassen lassen, so dass das reichlich ausströmende Kohlensäure-Gas durch eine Röhrenleitung unter dem Bette der Kyll hin nach dem Mineralbrunnen geleitet wird. Dort wird nun vermittelt der bekannten Maschinen das Gas in das Mineralwasser gepresst und so an der Quelle eine doppelkohlensaure Füllung mit natürlicher Kohlensäure vorgenommen.

Schon früher habe ich an Ort und Stelle das der Mofette entströmende Gas auf einen Gehalt an Schwefelwasserstoff, mit vollständig negativen Resultaten, geprüft.

Auch das Wasser der doppelkohlensauren Füllung enthält keine Spur von Schwefelwasserstoff, wie dieses auch schon *a priori* anzunehmen war. —

Cöln, den 24. Mai 1877.

312. B. W. Gerland: Ueber die Trennung der Vanadsäure von den Alkalien als Ammoniumvanadat.

(Eingegangen am 27. Juni.)

Die Fällung der vanadsauren Alkalien mit Chlorammonium ist bereits von Sefström und Berzelius angewandt, später wieder von von Hauer zur quantitativen Trennung der Vanadsäure von den Alkalien empfohlen, und seitdem in den Lehrbüchern als die zuverlässigste Methode angeführt. Ich bediente mich derselben ebenfalls, um aus einer Schmelze mit Kalium-Natrium-Carbonat, die mehrere Kgr. Vanadsäure enthielt, letztere abzuscheiden. Das gefällte Ammoniumvanadat war sorgfältig gewaschen, und hinterliess auch nach dem Rösten ein Pentoxyd, welches geschmolzen beim Erkalten mit der charakteristischen Feuererscheinung in prachtvollen Krystallen mit lebhaftem Glanze erstarrte. Nichts destoweniger erwies die Analyse derselben einen erheblichen Gehalt an Kalium. Um diese interessante Beobachtung weiter zu erforschen, unternahm ich die folgende Versuche, deren Resultate ich mich hiermit beehre der Gesellschaft vorzulegen.

1) Vanadpentoxyd wurde mit 3 Mol. Kalium-Natrium-Carbonat geschmolzen; die kochende Lösung der Schmelze mit heiss gesättigter

¹⁾ Diese Berichte IX, S. 1665.

Salmiaklösung gefällt, nach dem Erkalten abfiltrirt, mit Salmiaklösung gewaschen bis das Filtrat sich ohne Rückstand verflüchtigen liess, darauf mit schwachem Alkohol bis zum Verschwinden der Chlorreaction. Das Salz wurde abgepresst und über Schwefelsäure getrocknet.

1 Gr. des Salzes wurde zur Analyse in Wasser gelöst, mit essigsaurem Blei gefällt; das Filtrat mit Schwefelwasserstoff behandelt vom Schwefelblei getrennt, abgedampft und zur Verflüchtigung der Ammoniumsalze erhitzt. Es blieb ein Rückstand, der eine kleine Menge Vanad enthielt, zu dessen Entfernung die Masse in wenig Wasser gelöst und nochmals den beschriebenen Operationen unterworfen wurde. Der Glührückstand, mit Salzsäure befeuchtet und zu dunkler Rothgluth erhitzt, wog

0.0418 Gr. entsprechend: 4.18 pCt.
 darin gefunden Chlor . . 1.92 -
 daraus berechnet: Kalium 2.11 -

2) Das Ammoniumvanadat von 1. wurde, in kochendem Wasser gelöst, in eine kochende Salmiaklösung gegossen und der Niederschlag wie oben behandelt.

Die Analyse ergab:

0.28 pCt. Kalk
 0.23 - Chlorkalium.

Der Gehalt an Kalk war aus dem Wasser aufgenommen, welches zur Lösung des Ammoniumsalzes verwandt war. Es war zufällig Brunnenwasser an Stelle von destillirtem genommen.

3) Ammoniumvanadat auf die angegebene Weise aus Kalium-orthovanadat dargestellt.

Die Analysen dieses und der folgenden Salze wurden wie oben beschrieben ausgeführt, aber mit der Abänderung, dass das Filtrat vom Bleivanadat heiss mit Ammoniak und Schwefelammonium versetzt und das Kochen bis zur vollständigen Entfärbung der Flüssigkeit unterhalten wurde, worauf Filtration ohne Aufschub und Unterbrechung folgte. Die kleine Menge Vanad, welche stets in Lösung bleibt, scheidet sich bei diesem Verfahren mit dem Schwefelblei ab, so dass nur unwägbarbare Spuren im Filtrat bemerkbar sind. Ausserdem wird viel Zeit erspart.

1.4034 Gr. des Ammoniumvanadates gaben 0.0757 K_2SO_4

Aus diesem wurden erhalten: 0.1027 $BaSO_4$; (die Berechnung erfordert: 0.1013 $BaSO_4$); das Vanadat enthält demnach: 2.42 pCt. Kalium.

4) Das vorige Salz, aus Wasser umkrystallisirt.

0.5334 Gr. gaben 0.0046 Gr. Kaliumsulfat
 entsprechend 0.867 pCt. Kaliumsulfat
 enthaltend 0.39 - Kalium

5) Das Salz 4 wurde, in kochendem Wasser gelöst, in kochende Salzwasserköhlung gegossen.

1.0705 Gr. gaben: 0.0069 Gr. Kaliumsulfat
entsprechend 0.644 pCt. Kaliumsulfat
enthaltend 0.25 - Kalium

6) Vanadpentoxyd wurde durch Schmelzen mit kohlensaurem Natrium in das Natriumorthovanadat übergeführt, dessen Lösung mit Chlorammonium gefällt und das Ammoniumsalz wie früher angegeben gereinigt. — Die Analyse erwies dasselbe als vollkommen rein und frei von Natrium.

Das Ammoniumvanadat kann also nicht frei von Kalium aus einer Lösung abgeschieden werden, welche Kalium enthält, während Natrium diese Eigenschaft nicht besitzt. Demnach ist die besprochene Trennung der Vanadsäure durch Ausfällen mittelst Chlorammonium nur anwendbar, wenn kein Kalium gegenwärtig ist.

Das Ammoniumsalz ist nicht die einzige Verbindung des Vanadiums, welche diese auffallende Eigenschaft bei ihrer Abscheidung eine gewisse kleine Menge Kalium aufzunehmen und aufs hartnäckigste zurückzuhalten, besitzt; ich habe dieselbe bereits beobachtet bei den folgenden Salzen, die sich in stark schwefelsauren Lösungen bilden: Neutrales und saures Vanadidsulfat ($V_2O_5 \cdot 3SO_4$ und $V_2H_2 \cdot 4SO_4$), Vanadylosulfate ($V_2O_5 \cdot 2SO_4$ und $V_2O_5 \cdot H_2 \cdot 3SO_4$) und dem Vanadylsulfat ($V_2O_5 \cdot 3SO_4$). Letzteres giebt mit K_2SO_4 sogar in Gegenwart von viel überschüssiger Schwefelsäure eine Krystallausscheidung von $K_2O, V_2O_5 \cdot 2SO_4 + aq$, während Natriumsulfat keine analoge Umsetzung verursacht.

Dem Kalium ähnlich verhält sich in einem gewissem Grade das Ammonium. So hält die Metavanadsäure, VHO_3 , eine kleine Menge Ammonium sehr hartnäckig zurück (diese Berichte IX, Seite 873), die nicht durch Digestion mit Säure entfernt werden kann. Auch mehrere Metallsalze der Vanadsäure, z. B. Kupfer-Orthovanadat können nicht frei von Ammonium erhalten werden, wenn letzteres beim Ausfällen gegenwärtig war.

Macclesfield, Juni 1877.

313. A. Ladenburg u. Th. Engelbrecht: Derivate des Thymols.

(Eingegangen am 25. Juni.)

Im Folgenden theilen wir die Resultate der schon früher¹⁾ angekündigten Versuche mit:

Dinitrothymol wurde in Kali gelöst und das entstandene Kalium-

¹⁾ Diese Berichte X, 51.