

Bei Analyse (9) wurde die Flüssigkeit alkalisch, so dass noch mehr Schwefelsäure zugesetzt werden musste.

Durch Hrn. Dr. C. Padberg liess ich noch folgende Analysen ausführen:

0.4925 g Kaliumnitrat wurden mit einer genügenden Menge Kupfersulfat und verdünnter Schwefelsäure elektrolysiert. Nach Abscheidung des Kupfers wurde das Ammoniak durch Destillation mit Natronlauge und Auffangen in titrirter Schwefelsäure (1 ccm = 0.00664 g Stickstoff) bestimmt, wobei 10.2 ccm verbraucht wurden; diese entsprechen 0.0677 g = 13.74 pCt. Stickstoff.

In einem zweiten Versuche wurden 0.2483 g Kaliumnitrat in gleicher Weise behandelt; hierbei wurden durch das Ammoniak 5.2 ccm derselben Schwefelsäure neutralisirt; diese ergeben 0.0345 g = 13.89 pCt. Stickstoff. Ferner wurden 0.4725 g krystallisirtes Kupfernitrat nach Zusatz von titrirter Schwefelsäure der Elektrolyse unterworfen; durch das aus der Salpetersäure entstandene Ammoniak wurden 6.6 ccm der Schwefelsäure neutralisirt, woraus sich 0.0438 g oder 9.27 pCt. Stickstoff ergeben (ber. 9.51 pCt.).

Aachen, am 14. August 1890.

---

**455. G. Vortmann: Eine neue Methode zur maass-analytischen Bestimmung des Mangans.**

[Aus dem anorganischen Laboratorium der kgl. technischen Hochschule zu Aachen.]

(Eingegangen am 15. August.)

Die jodometrische Bestimmung des Mangans wurde bisher in der Weise ausgeführt, dass man es zunächst durch irgend ein Oxydationsmittel in Superoxyd überführte und dieses dann durch Behandlung mit Salzsäure und Jodkalium titrirte. Diese Methoden sind meist umständlich, erfordern eine sorgfältige Filtration und mitunter eine Destillation nach Bunsen's Verfahren. Ich versuchte nun das Mangan in der Weise zu bestimmen, dass ich es mit titrirter Jodlösung bei Gegenwart eines Alkalis oxydirte und die Jodmenge ermittelte, welche zur Ueberführung des Manganoxyduls in Mangan dioxyd nothwendig war. Bei allen Versuchen, wo ich ein reines Mangansalz allein anwandte, erhielt ich zu niedrige Zahlen; auf 1 At. Mangan wurden nicht 2 At. Jod, sondern stets 1.84 bis 1.86 At. Jod

verbraucht. Der Zusatz eines Zinksalzes, wie bei dem Volhard'schen Verfahren, änderte nichts. Als aber zum Mangansalz das Salz eines Sesquioxyds (Aluminium- oder Eisenoxyd) zugesetzt wurde, ging die Oxydation glatt vor sich und auf 1 At. Mangan wurden 2 At. Jod verbraucht. Handelt es sich um die Bestimmung des Mangans allein, bei Abwesenheit anderer Metalle, so verfährt man folgendermaassen:

Die gewogene Menge des Mangansalzes wird mit der 2- bis 3fachen Menge Kalialaun in Wasser gelöst, die Lösung mit einer gemessenen Menge zehntelnormaler Jodlösung und reiner (nitritfreier) Natronlauge versetzt, hierauf im Wasserbade 5—10 Minuten lang erwärmt und nach dem Erkalten auf ein bestimmtes Volumen verdünnt. Man filtrirt von diesem durch ein trockenes Faltenfilter einen aliquoten Theil ab, säuert das Filtrat an und titirt den Ueberschuss des Jods mit Natriumthiosulfatlösung; die verbrauchten Kubikcentimeter der letzteren werden auf das Gesamtvolum der Flüssigkeit umgerechnet und von der angewandten Menge Jodlösung in Abzug gebracht, wobei die Menge Jodlösung, welche zur Oxydation des Manganoxyduls nothwendig war, sich ergibt.

1 ccm der angewandten Jodlösung entsprach 0.012462 g Jod = 0.002698422 g Mangan.

Zur Analyse wurde Mangankaliumsulfat (12.67 pCt. Mangan) genommen.

Angewandt Mn K <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> · 6 H <sub>2</sub> O	Verbrauchte Jodlösung ccm	Gefunden	
		Mangan g	Mangan pCt.
0.4670	21.4	0.057746	12.51
0.4792	22.45	0.0605796	12.64
0.2125	9.95	0.0268493	12.63
0.1793	8.38	0.022613	12.61
1.7645	82.5	0.22262	12.62

Ebenso gut, wie bei Anwesenheit eines Aluminiumsalzes, lässt sich das Mangan in Gegenwart eines Eisenoxydsalzes bestimmen.

Es wurde eine Eisenoxydsulfatlösung bereitet und die Menge des in derselben enthaltenen Eisens auf elektrolytischem Wege ermittelt.

10 ccm der Eisenoxydsulfatlösung ergaben 0.1852 g Eisen.

Von dieser Lösung wurde eine bestimmte Anzahl Cubikcentimeter zur Lösung des Mangansalzes gegeben und dann die Menge des Mangans wie oben ermittelt.

Angewandt			Ver- brauchte Jod- lösung cem	Gefunden	
Mangan- kalium- sulfat	Mangan	Eisen		Mangan g	Mangan pCt.
0.4509	0.05713	0.1852	21.25	0.0573383	12.71
0.5053	0.06402	0.3704	23.05	0.0621986	12.31
0.4440	0.05625	0.3704	20.7	0.055857	12.58
0.1825	0.023123	0.5556	8.45	0.0228016	12.49
0.5233	0.06630	0.9260	24.5	0.0661113	12.63
0.2816	0.03568	0.3704	13.2	0.03562	12.65
0.2031	0.025733	0.9260	9.6	0.025905	12.75
0.2694	0.034133	1.8520	12.7	0.034269	12.72

Wie aus diesen Beleganalysen ersichtlich ist, wird sich diese Methode sehr gut auch zur Bestimmung des Mangans im Roheisen eignen. Diesbezügliche Versuche sollen nach Ablauf der Ferien angestellt werden.

Es wird nicht überflüssig sein, am Schlusse zu erwähnen, dass bei der hier beschriebenen Methode Ammoniumsalsze nicht vorhanden sein dürfen.

Aachen, am 14. August 1890.

**456. G. Vortmann und E. Borsbach:**  
**Ueber Mercuri-Kobaltammoniumsalsze.**

[Aus dem anorganischen Laboratorium der kgl. technischen Hochschule zu Aachen.]

(Eingegangen am 15. August.)

Im vorigen Jahre hat der Eine von uns in Gemeinschaft mit E. Morgulis<sup>1)</sup> eine Reihe von neuen Verbindungen beschrieben, welche als Kobaltammoniumchloride betrachtet wurden, deren Wasserstoff zum Theil durch die Atomgruppe —HgCl oder —HgOH ersetzt war. Als Fortsetzung dieser Arbeit wurden nun auch die entsprechenden Jodide dargestellt und geben wir die erhaltenen Resultate bekannt.

<sup>1)</sup> Diese Berichte XXII, 2644.