

1,334 Grm. mit ClH gekocht brachten 0,010 Kupfer in Lösung					
1,060	"	"	"	"	0,011
<hr/>			<hr/>		
1,187 im Mittel			0,0105 im Mittel.		

19. 0,242 Grm. verloren beim Glühen 0,017.

0,211 Grm. geglühte Substanz = 0,225 ungeglühte lieferten :

0,1364 Si; 0,0642 Al mit etwas Fe; 0,010 Ca C;
0,008 Mg² P.

Analyse von roher Soda; von B. Unger.

Im Februar 1851 empfing ich von Ringkuhl bei Groß-Almerode eine Quantität roher Soda in verpichteten Flaschen. Sie war in Stücke zerschlagen und noch heifs in die Flaschen gefüllt. Als ich dieselben öffnete, drang mit Geräusch Luft in dieselben, ein Zeichen, dafs der Verschluss dicht gewesen war. Die rohe Soda bildete poröse Stücke von rein grauer Farbe, in denen man glänzende Kohlenstückchen wahrnahm. An einem kalten und trockenen Tage wurden davon beinahe 1000 Grm. in einem sehr tiefen eisernen Mörser in ein grobes Pulver verwandelt (Pulver a). Von diesem wurde ein Theil im Porcellanmörser zum feinen Pulver zerrieben (Pulver b). Zum Grobpulvern braucht man nur kurze Zeit, zum Feinpulvern wegen der Gegenwart vieler kleinen harten Körner eine bei weitem längere Zeit. Ich würde zu meinen Versuchen immer das grobe Pulver angewandt haben, da es nur eine unwägbare Menge Wasserdampf aus der Luft absorbirt haben konnte; aber die Art des Versuchs machte oftmals ein feines Pulver zur nothwendigen Bedingung. Durch einen Versuch, den ich in der Folge mittheilen werde, fand ich, dafs je 100 Grm. des Pulvers b

0,9486 Grm. Feuchtigkeit enthielten, welche im Pulver a fehlten.

Um die Quantität von Alkali, welche beim Auslaugen gewonnen werden kann, zu bestimmen, schüttelte ich rohe Soda in einem verkorkten Kolben mit vielem Wasser von 10° C. und filtrirte am andern Tage die Auflösung ab. Den Rückstand wusch ich so lange mit Wasser, bis in dem Filtrate eine Spur von Kalksalz auftrat. Das Filtrat wurde verdampft, wobei es sich mit Kohlensäure sättigte, und der Rückstand in einem Platintiegel so lange heftig geglüht, bis sein Gewicht nahezu constant war (es völlig constant zu erhalten ist, wie ich später zeigen werde, besonders wegen der Gegenwart von Kieselsäure und Thonerde sehr zeitraubend). Die geschmolzene Masse wurde in Wasser gelöst und ihr Alkaligehalt nach Gay-Lussac's Methode alkalimetrisch bestimmt :

rohe Soda vom Pulver b	rohe Soda vom Pulver a	Lösliches
8,599 Grm. oder	8,5174 Grm. gaben	3,4577 Grm.

Diese wurden von 31,04 CC. einer Schwefelsäure gesättigt, von welcher 10 CC. 1,016 Grm. reinen kohlensauen Natrons sättigten, d. h. 8,5174 Grm. roher Soda gaben durch kaltes Auslaugen ungefähr $3\frac{1}{2}$ Grm. oder 40½ pC. einer 91 procen-tigen Soda.

Es waren in der rohen Soda folgende 24 einfache Körper enthalten, deren Aequivalente (nach L. Gmelin) ich beifüge :

Sauerstoff	8	Kalium	39,2	Tantal	185
Wasserstoff	1	Natrium	23,2	Molybdän	48
Kohlenstoff	6	Barium	68,6	Mangan	28
Phosphor	31,4	Calcium	20	Blei	104
Schwefel	16	Magnium	12	Eisen	27
Chlor	35,4	Aluminium	27,4	Kobalt	29,5
Fluor	18,7	Silicium	15	Nickel	29,5
Stickstoff	14	Titan	24	Kupfer	32.

1. Bestimmung der Kohle, mehrerer Basen und Säuren.

20,699 Grm. roher Soda vom Pulver a wurden mit Salzsäure zersetzt, es entwich Kohlensäure- und Schwefelwasserstoffgas. Die Masse wurde in einer Platinschale zur Trocknifs gebracht, der Rückstand, bei 150° C. erhitzt, erst mit Salzsäure, später mit Wasser übergossen, und filtrirt. Das Ungelöste wurde möglichst vom Filtrum *) getrennt und mit kohlensaurem Natron gekocht, dabei entwickelte sich etwas Schwefelwasserstoff. Die Auflösung war vollkommen farblos, was ich deswegen erwähne, weil sich Braunkohle, die später gewogen wurde, in diesem Rückstande befand. Das Filtrum wurde verbrannt und die Asche zur kochenden Lösung gefügt. Was sich in dem kohlensauren Natron nicht löste, wurde auf einem Filtrum gesammelt, gut ausgewaschen, dann vom Filtrum genommen und in einen Platintiegel geschüttet; das Filtrum wurde verbrannt und die Asche zu dem übrigen in den Tiegel gethan. Der Inhalt wog, bei 160° C. getrocknet, 0,6944 Grm. Diefs war Kohle, Sand und Masse von der Soole des Sodaofens. Sie wurden so lange bei Luftzutritt geglüht bis das Gewicht des Rückstandes constant war, dieser wog 0,1532 Grm. Der Glühverlust, welcher den Kohlenstoff, Sauerstoff, Wasserstoff und Stickstoff der Braunkohle angiebt, betrug

0,5412 Grm.

Die 0,1532 Grm. Rückstand wurden im Stahlmörser gepulvert und davon 0,1237 Grm. mit Flufssäure behandelt. Der Rückstand, mit Schwefelsäure und endlich mit kohlensaurem Ammoniak bis zu constantem Gewichte geglüht, wog 0,0888 Grm.

Aus diesen erhielt ich

*) Die Filtra wurden lufttrocken gewogen und das Gewicht der Asche berechnet. Diese wog 0,26 pC. vom Gewicht des lufttrocknen Papiers.

von 0,1237 Grm.

kohlensaure Kalkerde	0,0137 Grm.
pyrophosphorsaure Talkerde	0,0094
Chlornatrium	0,0323
Eisenoxyd	0,0100
Thonerde, phosphorsäurehaltig	0,0108
Titansäure	0,0058

also von 0,1532 Grm.

0,017 Grm.	CaO, CO ₂
0,0117	2 MgO, PO ₅
0,04	Na Cl
0,0124	Fe ₂ O ₃
0,0127	Al ₂ O ₃
0,0072	Ti O ₂

oder von 0,1532 Grm.

Kalkerde	0,0095 Grm.
Talkerde	0,0042
Natron	0,0213
Eisenoxyd	0,0124
Thonerde	0,0127
Titansäure	0,0072
<hr/>	
	0,0673 Grm.

Das an 0,1532 Grm. fehlende ist die Kieselsäure, welche mit Flufssäure verjagt war : es sind

0,0859 Grm. Si O₂.

Die Hauptmenge der in der rohen Soda enthaltenen Kieselsäure war, wie gesagt, von dem eben abgehandelten Rückstande durch Kochen mit einer Lösung von kohlensaurem Natron getrennt. Die Auflösung wurde mit Salzsäure übersättigt und im Wasserbade zur Trocknifs gebracht. Die ausgeschiedene Kieselsäure wog nach dem Waschen, Trocknen und Glühen 0,9677 Grm. Diese liefsen nach successiver Behandlung mit Flufssäure, Schwefelsäure und kohlensaurem Ammoniak einen Rückstand von 0,0067 Grm. aus schwefelsaurem Natron und Eisenoxyd mit Thonerde bestehend. Wasser löste daraus 0,004 Grm. schwefelsauren Natrons und liefs 0,0027 Grm. thonerdehaltigen Eisenoxyds zurück; diese letzteren wurden der

später erhaltenen Hauptmenge von Eisenoxyd und Thonerde hinzugefügt und dann erst geschieden. Die 0,004 Grm. schwefelsauren Natrons entsprechen 0,0017 Grm. Natrons, in dieser Form war es offenbar mit der Kieselsäure verbunden. Nach Abzug von Natron, Eisenoxyd und Thonerde bleiben für die reine Kieselsäure

0,9633 Grm. Si O₂,

übrig.

Ich wende mich zur Untersuchung des Theiles der rohen Soda, welcher nach Behandlung mit überschüssiger Salzsäure, nach dem Abdampfen zur Trockniss und Erhitzen bei 150° C. von Salzsäure gelöst wurde. Die Auflösung wurde stark verdünnt und siedend mit einer Auflösung von Chlorbarium versetzt. Es entstand nicht sogleich ein Niederschlag von schwefelsaurer Baryterde, sondern erst später. Er wog nach dem Glühen und Ausziehen mit siedender Salzsäure 0,074 Grm., entsprechend

0,0254 Grm. SO₃.

Das Filtrat vom ursprünglich gefällten schwefelsauren Baryt wurde zur Entfernung des überschüssig zugesetzten Barytsalzes mit Schwefelsäure in kleinem Ueberschufs versetzt und vom ausgeschiedenen schwefelsauren Baryt abfiltrirt. Die Flüssigkeit wurde mit Ammoniak schwach übersättigt; der Niederschlag enthielt die Hauptmenge von Thonerde und Eisenoxyd. Er wurde in Salzsäure gelöst und mit Ammoniak niedergeschlagen (das Filtrat nenne ich a). Zur Trennung des Eisenoxyds von der Thonerde wurde das Gemenge ausgewaschen, in Salzsäure gelöst, darauf mit einem Ueberschufs von kaustischer Natronlösung gekocht. Nachdem diese Operation dreimal wiederholt war, wurde das Eisenoxydhydrat abfiltrirt und gegläht, es wog 0,2421 Grm. Die Thonerde wurde aus den vereinigten und mit Salzsäure übersättigten Filtraten durch kohlensaures Ammoniak niedergeschlagen (das Filtrat nenne ich b). Sie

besaß nach dem Glühen eine zart apfelgrüne Farbe und wog 0,2581 Grm. Beide aber, das Eisenoxyd und die Thonerde, waren nicht rein. Das Eisenoxyd löste sich nicht vollständig in siedender Salzsäure. Es blieb ein Pulver ungelöst, welches abfiltrirt wurde. Nach dem Glühen war es weiß und bestand aus Kieselsäure :

0,0125 Grm. SiO_2 .

Das Filtrat, welches das salzsaure Eisenoxyd enthielt, wurde verdünnt, mit Ammoniak möglichst neutral gemacht und mit bernsteinsaurem Ammoniak gefällt. Nach so oft wiederholtem Glühen, bis das Gewicht constant war, wog das Eisenoxyd 0,2193 Grm. Es löste sich in Salzsäure ohne einen Rückstand von Kohle, aber es hielt noch ein wenig Phosphorsäure. Nach Ausscheidung des Eisens durch Schwefelammonium, Behandlung des Filtrates mit kohlensaurem Natron, Verdampfen und Glühen, und endlich nach Uebersättigung der alkalischen Masse erst mit Salzsäure, darauf mit Ammoniak, bekam ich mit schwefelsaurer Talkerdelösung nach längerem Stehen Kryställchen von phosphorsaurer Ammoniak-Talkerde, welche nach dem Glühen 0,0029 Grm. pyrophosphorsaurer Talkerde gaben, entsprechend

0,002 Grm. PO_5 .

Das Schwefeleisen wurde mit Königswasser behandelt, darauf mit Weinsäure, Ammoniak und Schwefelammonium; das Filtrat gab, verdampft und mit Salpeter geglüht, ein molybdänhaltiges Kupferoxyd,

0,001 Grm. CuO ,

und eine kupferhaltige Molybdänsäure

0,0053 Grm. MoO_3 .

Das Filtrat vom bernsteinsauren Eisenoxyd gab etwas Manganoxoxydul, wahrscheinlich eine Spur Nickel und Kupfer haltend,

0,0024 Grm. Mn_2O_4 ,

ferner etwas kohlensaure Kalkerde,

0,0078 Grm. CO_2 , CaO ,

und mit phosphorsaurem Ammoniak eine Spur von Talkerdesalz, welche aber nicht für sich bestimmt, sondern später mit andern Spuren derselben Verbindung vereinigt und dann erst gewogen wurde. Zieht man diese fremden Körper, deren Gesamtmenge (die kohlensaure Kalkerde als Kalkerde berechnet) 0,0276 Grm. beträgt, von der Quantität des unreinen Eisenoxyds ab, so bleiben für das reine Eisenoxyd

0,2145 Grm. $\text{Fe}_2 \text{O}_3$

übrig.

Das Filtrat a vom Gemenge aus Thonerde- und Eisenoxydhydrat wurde verdampft. Der Rückstand gab nach dem Glühen noch

0,0025 Grm. CO_2 , CaO ,

0,0052 PO_3 , 2 MgO und

0,0043 $\text{Fe}_2 \text{O}_3$,

welches eine Spur von Kupferoxyd enthielt.

Ich führte an, daß auch die erhaltene Thonerde nicht rein war. Die 0,2581 Grm. wurden längere Zeit mit heifser Salzsäure behandelt, welche aber nur einen Theil davon und zwar mit gelber Farbe löste. Der ungelöste war nicht gefärbt, er wog nach dem Glühen 0,0201 Grm. und verflüchtigte sich mit Flufssäure bis auf 0,0011 Grm., welche Thonerde waren. Mit-

0,019 Grm. Si O_2

beigemischt. Die salzsaure Lösung der Thonerde hielt nun noch Phosphorsäure, Eisen- und Kupferoxyd. Sie wurde mit kohlensaurem Ammoniak gefällt. Nach dem Trocknen wurde die Thonerde mit Kieselsäure und kohlensaurem Natron in dem von Berzelius vorgeschlagenen Verhältnifs geglüht. Die Masse war türkisblau und färbte sich beim Digeriren mit Wasser bräunlich, vielleicht von etwas Mangan. Was sich im Wasser löste, wurde vom Ungelösten durchs Filtrum geschieden,

Die Auflösung, zur Abscheidung der Kieselsäure mit überschüssiger Salzsäure zur Trocknifs verdampft, trat an Salzsäure ein wenig Thonerde ab. Sie wurde deshalb mit Weinsäure versetzt, darauf mit überschüssigem Ammoniak und endlich mit schwefelsaurer Talkerdelösung. Es erfolgte nicht sogleich, sondern erst nach einigen Stunden eine Ausscheidung des phosphorsäuren Doppelsalzes. Ich erhielt 0,0063 Grm. pyrophosphorsaurer Talkerde, entsprechend

0,0044 Grm. PO_3 .

Diese gab mit Salpetersäure und molybdänsaurem Ammoniak das citrongelbe Pulver, welches die Phosphorsäure anzeigt. Das kieselsaure Thonerde-Natron, welches bei der Behandlung mit Wasser ungelöst blieb, wurde mit Salzsäure zersetzt. Schwefelwasserstoff fällte aus der Auflösung eine Spur von Schwefelkupfer, und Schwefelammonium, nach Zusatz von Weinsäure und Ammoniak, etwas Schwefeleisen. Diefs gab, durch Glühen in Eisenoxyd verwandelt,

0,0341 Grm. $\text{Fe}_2 \text{O}_3$.

Zieht man diese fremden Körper, deren Gesammtmenge 0,0275 Grm. beträgt, von den anfänglich erhaltenen 0,2581 Grm. unreiner Thonerde ab, so bleiben für die reine Thonerde

0,2306 Grm. $\text{Al}_2 \text{O}_3$

übrig.

Das Filtrat b von der Thonerde liefs beim Abdampfen einen bedeutenden Rückstand, welcher namentlich die ganze Menge des Natronsalzes enthielt, womit die Trennung der Thonerde vom Eisenoxyd bewerkstelligt war, aber dieser Rückstand hielt ausserdem etwas Kieselsäure, Thonerde- und Kalksalz. Nach dem Abdampfen zur Trocknifs, Befeuchten mit Salzsäure und Uebergiessen mit Wasser blieben 0,0071 Grm. ungelöst, sie bestanden aus Kieselsäure,

0,0071 Grm. SiO_2 .

Aus dem Filtrat wurden weiter erhalten

0,0038 Grm. Al_2O_3 ,
0,007 CaO , CO_2 .

Die rohe Soda war zu Anfang mit Salzsäure zerlegt. Die Auflösung war dann durch ein Barytsalz von Schwefelsäure befreit, darauf war der Ueberschufs des Barytsalzes durch Schwefelsäure entfernt. Hierauf war in dem Filtrate durch Ammoniak ein Niederschlag erzeugt : dießes Alles habe ich abgehandelt.

Die ammoniakalische Auflösung, welche von diesem Niederschlage abfiltrirt war, enthielt die Hauptmenge von Calcium, Magnium und Natrium; sie wurde mit einem Ueberschufs von oxalsaurem Ammoniak versetzt und dadurch oxalsaure Kalkerde niedergeschlagen. Diese wurde nach dem Auswaschen und Trocknen heftig geglüht. Das so erhaltene Gemenge von kohlen-saurer und kaustischer Kalkerde wurde in Salzsäure gelöst. Die Auflösung wurde mit Ammoniak übersättigt, zum Sieden erhitzt und mit kohlen-saurem Ammoniak gefällt. Die kohlen-saure Kalkerde, gewaschen und bei 210°C . getrocknet, wog 14,632 Grm. Aus der abfiltrirten Flüssigkeit erhielt ich ver-mittelst oxalsauren Ammoniaks nach bekanntem Verfahren noch 0,4312 Grm. kohlen-saurer Kalkerde. Beide Quantitäten waren nicht rein; die erstere gab, in Salpetersäure gelöst und mit Alkohol versetzt, 0,4532 Grm. schwefelsaurer Kalkerde und beim Vermischen des vom Alkohol durch Erhitzen befreiten Filtrats mit salpetersaurem Silberoxyd 0,0128 Grm. Chlorsilber, entsprechend 0,0049 Grm. Chlorcalciums; die letztere, aus dem oxalsauren Salze, gab 0,0247 Grm. schwefelsaurer Kalkerde. Das Gesamtgewicht der unreinen kohlen-sauren Kalkerde be-trug 15,0632 Grm. Es waren in derselben 0,4779 Grm. schwefelsaurer Kalkerde enthalten und 0,0049 Grm. Chlor-calciums. Hieraus folgt, dafs, wenn alle Kalkerde als reine

kohlensaure gewogen wäre, ihr Gewicht hätte betragen müssen

14,9362 Grm. CaO , CO_2 .

Das ansehnliche salmiakreiche Filtrat von der zuletzt niedergeschlagenen oxalsauren Kalkerde wurde verdampft, der Rückstand geglüht. Was übrig blieb, war frei von Alkali, gab aber noch

0,022 Grm. SiO_2 ,

0,0066 CaO , CO_2 ,

0,0175 2 MgO , PO_3 .

Das Filtrat von der im Anfang niedergeschlagenen oxalsauren Kalkerde enthielt die Hauptmenge des Natriums und Magniums. Es wurde verdampft und vorsichtig geglüht bis zur Entfernung aller ammoniakalischen Salze. Der Rückstand wurde mit überschüssiger Schwefelsäure behandelt und geglüht. Er wurde darauf in Wasser gelöst, von etwas ausgeschiedener Kieselsäure befreit,

0,0084 Grm. SiO_2 ,

und mit einem Ueberschuß von essigsaurer Baryterdelösung versetzt. Nach Abscheidung der schwefelsauren Baryterde wurde die Lösung, welche nun essigsaurer Salze enthielt, verdampft und geglüht. Aus dieser Masse zog Wasser die Alkalien an Kohlensäure gebunden und etwas Talkerde aus; im Rückstande befand sich Talkerde und kohlensaure Baryterde. Die alkalische Lösung wurde mit Salzsäure zersetzt, mit Phosphorsäure und überschüssigem Ammoniak vermischt: ich erhielt

0,1342 Grm. 2 MgO , PO_3 .

Das Filtrat gab, nach einander mit essigsauerm Bleioxyd und kohlensaurem Ammoniak im Sieden behandelt, eine Flüssigkeit, welche nach dem Uebergießen mit Salzsäure, Abdampfen und vorsichtigem Glühen des Rückstandes 9,27 Grm. alkalische Chlormetalle lieferte. Diese gaben, in Wasser gelöst, mit überschüssigem Platinchlorid versetzt und zur Trocknifs verdampft

einen in Alkohol unlöslichen Rückstand von Chlorplatin^{kalium} im Gewicht von 0,1174 Grm., entsprechend

0,0359 Grm. K Cl.

Hiernach stellt sich die Quantität des Chlornatriums fest auf

9,2341 Grm. Na Cl.

Das Gemenge aus kohlensaurer Baryterde und Talkerde wurde in Salzsäure gelöst und die Baryterde aus der Auflösung durch Schwefelsäure entfernt. Das Filtrat gab (0,245 Grm. kohlensaurer Kalkerde, welche aber 0,0044 Grm. schwefelsaurer Kalkerde enthielten, also)

0,2438 Grm. CaO, CO₂,

und mit phosphorsaurem Ammoniak

0,3439 Grm. 2 MgO, PO₃.

Die gesammte schwefelsaure Baryterde, welche ich im Laufe der Analyse erhielt, wurde geglüht. Nun ließen sich durch siedende Salzsäure einige Salze entfernen, die für sich in Wasser auflöslich sind; ich erhielt

0,059 Grm. CaO, CO₂,

0,026 2 MgO, PO₃,

0,0956 Na Cl

0,0194 K Cl

0,0055 CuO

0,0096 Si O₂,

welche letztere eine Spur von Thonerde, Mangan - und Eisen-oxyd hielt. Die mit Salzsäure ausgezogene schwefelsaure Baryterde gab nach dem Schmelzen mit Soda noch

0,0566 Grm. CaO, CO₂,

und eine Spur von pyrophosphorsaure Talkerde.

In den bei Gelegenheit der Trennung der Talkerde von den Alkalien erhaltenen Bleiniederschlägen konnte ich nach Zersetzung durch Schwefelwasserstoff Alkalien und Erden in wägbaren Quantitäten nicht nachweisen.

Die meiste pyrophosphorsaure Talkerde, welche ich erhielt, war manganhaltig, aber es gelang mir nicht, beide Körper zu scheiden.

Rohe Soda vom Pulver a.

20,699 Grm. gaben :

9,3697 Grm. Na Cl	oder 3,7095 Grm. Na	oder 17,9211 pC.
0,0553 K Cl	0,0291 K	0,1406
0,5161 $2\text{MgO}, \text{PO}_3$	0,1112 Mg	0,5372
15,3365 CaO, CO_2	6,1346 Ca	29,6372
0,0065 Cu O	0,0052 Cu	0,0251
0,0053 Mo O_3	0,0035 Mo	0,0169
0,0024 $\text{Mn}_2 \text{O}_3$	0,0017 Mn	0,0082
0,2353 $\text{Fe}_2 \text{O}_3$	0,1629 Fe	0,7870
0,2471 $\text{Al}_2 \text{O}_3$	0,1317 Al	0,6363
1,1278 Si O_2	0,5457 Si	2,6364
0,0072 Ti O_2	0,0043 Ti	0,0208
0,0064 PO_3	0,0028 P	0,0135

Ich glaubte auf diesen Versuch einen zweiten folgen lassen zu müssen, der frei wäre von einigen Fehlerquellen, welche dieser Versuch einschließt.

1) Die Kieselsäure, welche bei dem in Salzsäure unlöslichen Sodarückstande blieb, wurde mit kohlensaurem Natron gekocht und es ist möglich, daß dadurch Natron in den Rückstand kam, welches nicht hineingehörte und den Natriumgehalt zu hoch ausfallen liefs.

2) Das kaustische Natron, welches zur Trennung des Eisenoxyds von der Thonerde diente, hielt eine Spur von Kieselsäure und eine noch schwächere von Thonerde. Da aber die Quantität des kaustischen Natrons gröfs war, so kann leicht die Menge des erhaltenen Siliciums und Aluminiums zu groß ausgefallen seyn.

3) Daß der Gang des ersten Versuchs nicht der zweckmäfsigste war, geht schon daraus hervor, daß ich im Laufe des folgenden mehrere Körper auffand, die mir in dem ersten entgangen waren. Ueberhaupt verdient der folgende Versuch ein größeres Vertrauen, weil ich mehr Rücksicht auf alle Körper nahm, welche in der Uebersicht aufgeführt sind. Ich werde deshalb auch auf das Resultat des folgenden Versuchs hauptsächlich verweisen.

4) Man muß die Schwefelsäure in einer besondern Portion bestimmen, weil man sonst bei Abscheidung des überschüssig zugesetzten Barytsalzes in der Regel eine viel grössere Quantität von Schwefelsäure hineinbringt, als die rohe Soda enthält. Dadurch wird die Bestimmung des Calciums erschwert. Verbürgen will ich es nicht, aber es scheint mir, als ob unter gewissen Umständen bei Gegenwart von vieler schwefelsauren Kalkerde in der ammoniakalischen Lösung durch oxalsaures Ammoniak nur ein Theil der Kalkerde gefällt würde, während ein ziemlich großer Theil davon in Auflösung bliebe.

Auf die Reinheit der Reagentien habe ich besonders Rücksicht genommen.

II. 39,375 Grm. roher Soda vom Pulver a wurden mit überschüssiger verdünnter Salzsäure längere Zeit kalt behandelt. Das Ungelöste wurde auf einem Filtrum gesammelt und ausgewaschen. Es wurde vom Filtrum abgespült und mit Schwefelammonium behandelt, welches dabei eine dunklere Farbe annahm. Die Lösung war, auf ein kleines Volum gebracht, braun. Sie wurde heiss mit Essigsäure gefällt, aus dem Niederschlage konnte ich kupferoxydhaltiges Kobaltoxydul darstellen und eisenhaltiges Schwefelmolybdän :

0,0024 Grm. 4 CoO, Co, O,
0,0013 Mo S₂.

Das essigsaure Filtrat aber liess nach dem Abdampfen und Glühen mit etwas Schwefelsäure noch 0,0502 Grm., welche neutral reagirten. Durch Flußsäure wurden daraus

0,035 Grm. Si O₂
entfernt, der Rückstand (0,0152 Grm.) gab
(0,0016 Grm. CaO, CO₂) *)
0,0015 2 MgO, PO₅
0,0124 KO, SO₃,

welches letztere ein wenig Natron enthielt.

*) Das Einklammern eines solchen in die Mitte gerückten Körpers bedeutet, dafs er nicht mitgezählt, weil er nicht rein

Wir haben eben die Körper betrachtet, welche Schwefelammonium aus dem Rückstande aufgelöst hatte, der bei der Behandlung der rohen Soda mit verdünnter Salzsäure zurückgeblieben war; wir wollen uns jetzt zu dem mit Schwefelammonium ausgelaugten Rückstande wenden, welcher namentlich die unverbrannte Kohle, Sand, Theile von der Soole des Ofens und ausgeschiedene Kieselsäure enthielt. Er wurde mit Königswasser längere Zeit erhitzt, dabei färbte sich die Auflösung durch zersetzte Kohle tief braun; nach Hinzufügung von etwas Schwefelsäure zur sicheren Abscheidung eines etwaigen Bleigehaltes wurde sie mit Wasser verdünnt und filtrirt. Das Filtrat liefs nach dem Abdampfen und Glühen, erst für sich, dann mit kohlensaurem Ammoniak, 0,1574 Grm. Das Gewicht blieb bei successiver Anwendung von Flufssäure, Schwefelsäure und kohlensaurem Ammoniak constant, mithin fehlte in diesem Rückstande die Kieselsäure. Er war zum größten Theil in verdünnter Salzsäure löslich, das Ungelöste war von gelbbrauner Farbe und löste sich in schmelzendem zweifach-schwefelsaurem Kali orange, nach dem Erkalten war die Masse fast farblos. Diese löste sich klar in kaltem Wasser, die Lösung wurde durch Kochen pulverig citrongelb gefällt. Dieser Niederschlag, nach dem Glühen hellockergelb, wog 0,0116 Grm.; er gab vor dem Löthrohr die Reactionen der eisenhaltigen Titansäure. Aus dem Filtrat wurden 0,0135 Grm. Eisenoxyds niedergeschlagen, welche eine Spur von Mangan enthielten :

0,0116 Grm.	Ti O ₂
0,0135	Fe ₂ O ₃ .

Eisenoxyd und Titansäure waren also bei Behandlung des Rückstandes mit verdünnter Salzsäure nicht aufgelöst worden, doch

ist; erst nach seiner Reinigung wird er ohne Klammern erscheinen.

die Lösung enthielt ebenfalls noch kleine Quantitäten von beiden, daneben auch Kalkerde, Talkerde, Kali, Natron, Thonerde und eine Spur von Kupferoxyd. Ich schied daraus Eisenoxyd, Thonerde, Titansäure und Kalkerde ab (ich will sie mit a bezeichnen), löste sie in Salzsäure und fügte diese Lösung Producten hinzu, die ich im weiteren Verlaufe der Arbeit analysirte und wog. Talkerde, Kali und Natron (die ich mit b bezeichne) wurden ebenfalls erst geschieden, nachdem sie mit einer anderen Quantität der genannten Basen vereinigt worden waren.

Es sind nun von dem ausgelaugten Sodarückstande noch der Sand, einzelne Theile von der Soole des Ofens, überhaupt diejenigen Körper zu betrachten übrig, welche der auflösenden Wirkung des Königswassers widerstanden hatten. Dieser Rückstand hielt nun freilich schwefelsaures Bleioxyd, aber in höchst unbedeutender Menge. Es wurde durch essigsäures Ammoniak ausgezogen; die Lösung war durch zersetzte Kohle dunkelbraun, sie wurde verdunstet, der Rückstand mit kohlensaurem Natron geglüht und das kohlensaure Bleioxyd abfiltrirt, mit dem Filtrum geglüht, mit Salpetersäure befeuchtet, wieder geglüht und gewogen. Ich erhielt

0,0054 Grm. PbO ,

aber es war nicht rein, denn ich konnte darin Kalk- und Talkerde nachweisen. Vor dem Löthrohr auf Kohle gab es metallisches Blei. — Der mit essigsäurem Ammoniak ausgelaugte Sodarückstand wurde nun so lange geglüht, bis die Kohle verbrannt war. Er wog 0,9381 Grm., nach Behandlung mit Flusssäure u. s. w. 0,0515 Grm., es hatten sich also

0,8866 Grm. SiO_2

verflüchtigt. Der Rückstand wurde in starker siedender Salzsäure gelöst, die Lösung mit verdünnter Schwefelsäure gekocht. Es entstand ein gelblicher Niederschlag, welcher,

abfiltrirt und geglüht, 0,0061 Grm. wog. Er bestand aus eisenhaltiger Titansäure :

0,0061 Grm. Ti O_2 .

Das Filtrat enthielt Kalkerde, Talkerde, Kali, Natron, Thonerde, Eisenoxyd, Titansäure und Spuren von Nickel und Mangan. Es wurde mit demjenigen vereinigt, welches ich mit a bezeichnet habe, und analysirt. Ich erhielt

0,0034 Grm.	$\text{Fe}_2 \text{ O}_3$
(0,0417	CaO, CO_2)
(0,0125	$\text{Al}_2 \text{ O}_3$)
0,0036	Ti O_2
0,0203	2 MgO, PO_3
0,0239	K Cl .

Das Eisenoxyd hielt eine Spur Nickel und Mangan, das Chlorkalium äusserst wenig Chlornatrium, und die Titansäure schien mir tantalhaltig zu seyn.

Einen Theil der rohen Soda hatte die verdünnte Salzsäure nicht gelöst, wir haben seine Bestandtheile so eben kennen gelernt; den ungleich gröfseren hatte sie aber gelöst, zu diesem wenden wir uns. Das saure Filtrat wurde mit Ammoniak im Ueberschufs und mit Schwefelammonium versetzt, der schwarze Niederschlag abfiltrirt und ausgewaschen. Er wurde darauf in Salzsäure gelöst, mit Salpetersäure oxydirt, im Wasserbade zur Trocknifs gebracht, mit Salzsäure durchtränkt, nach einigen Tagen mit Wasser übergossen und filtrirt. Auf dem Filtrum blieb eine etwas unreine Kieselsäure, geglüht 1,0344 Grm. Nach ihrer Vereinigung mit 0,0143 Grm. Kieselsäure, die bei der Bestimmung des Natriums erwähnt und dort mit d bezeichnet werden sollen, liefsen sie, mit Flufssäure u. s. w. behandelt, einen Rückstand von 0,0224 Grm. Daraus berechnen sich für reine Kieselsäure

1,0263 Grm. Si O_2 .

Verunreinigt war sie durch

(0,0069 Grm. Al_2O_3)

mit einer Spur von Eisenoxyd, durch

0,0071 Grm. TiO_2 ,

welche mir tantalhaltig zu seyn schien, und durch 0,0084 Grm. schwefelsaurer Salze der Alkalien und Erden; diese sind indessen nicht besonders geschieden, sondern erst später in Gesellschaft von anderen ähnlichen Resten (ich nenne sie c).

Das Filtrat von der unreinen Kieselsäure wurde mit Citronensäure, Ammoniak und Schwefelammonium versetzt. Das Schwefeleisen, welches hierdurch fiel, wurde mit Königswasser in Oxydsalz verwandelt und dieses, nachdem es mit Ammoniak möglichst neutral gemacht war, mit bernsteinsaurem Ammoniak niedergeschlagen. Ich erhielt nach dem Glühen 0,4112 Grm. unreinen Eisenoxyds. Diese hinterliessen, in Wasserstoffgas gelinde aber anhaltend geglüht, 0,288 Grm. Eisen oder 0,0033 Grm. mehr, als die Rechnung ($\text{Fe} = 27$) verlangt. Das Eisen löste sich in verdünnter Salpetersäure nur zum Theil, es blieb ein schwarzes Pulver zurück, welches nach dem Glühen heller und schöner roth als Eisenoxyd war und 0,0173 Grm. wog. Nach Reduction durch Wasserstoffgas war es grau. Dieses unreine Eisen wog 0,0134 Grm., oder 0,0014 Grm. mehr, als die Rechnung für reines Eisen verlangt. Es zeigte, in siedender Salpetersäure gelöst, denn in kalter war es unlöslich, mit molybdänsaurem Ammoniak eine ganz zweifelhafte Spur von Phosphorsäure an, und gab vor dem Löthrohr die Reactionen des titanhaltigen Eisens. Der Gehalt an Titan läßt sich aus obigen Daten nicht richtig berechnen, weil die Titansäure, obgleich sie für sich durch Wasserstoffgas in mäßiger Glühhitze nicht reducirt wird, doch bei Gegenwart von Eisenoxyd eine partielle Reduction erfahren kann. Unter der Voraussetzung, daß bei obigem Versuche alles Eisenoxyd zu Eisen reducirt und alle Titansäure unverändert geblieben wäre,

müßten in den 0,4112 Grm. unreinen Eisenoxyds 0,011 Grm. Titansäure und 0,4002 Grm. Eisenoxyds enthalten gewesen seyn :

0,011 Grm. Ti O_2 ,
0,4002 $\text{Fe}_2 \text{O}_3$.

Das Filtrat mit dem Ueberschufs von bernsteinsaurem Ammoniak gab 0,004 Grm., die ein Gemenge von Kieselsäure, Titansäure und Tantalsäure zu seyn schienen, und

0,0074 Grm. CuO

nebst einer Spur von Kalk- und Mangansalz.

Das Filtrat von dem titanhaltigen Schwefeleisen wurde zur Trocknifs verdampft und geglüht, der Rückstand war vollkommen weifs und enthielt die Hauptmenge der Thonerde. Er wog 0,7321 Grm. Er wurde in siedender Salzsäure gelöst, wobei eine unwägbare Menge eines äufserst feinen weissen Pulvers zurückblieb, und mit Ammoniak niedergeschlagen. Der Niederschlag von unreiner Thonerde wog 0,5397 Grm. Das Filtrat gab

(0,1709 Grm. CaO , CO_2)

und nach Vereinigung mit b und c

0,0072 Grm. 2 MgO , PO_3 ,
0,0508 K Cl
0,0383 Na Cl .

Die 0,5397 Grm. unreiner Thonerde wurden in siedender Salzsäure gelöst, mit Wasser verdünnt und mit Schwefelsäure gekocht; es entstand ein Niederschlag, so feinpulverig, dafs er theilweise durchs Filtrum lief; er war nach dem Glühen weifs, mit einem schwachen Stich ins Rothe und wog 0,0077 Grm. Er löste sich in Phosphorsalz in ziemlich grofser Menge und zwar vollkommen, jedoch nicht sehr leicht. Bei einem grofsen Zusatz von der Probe schwamm ein klares Wölkchen in der Perle. Die klare Perle war, mit der oxydirenden Löthrohrflamme behandelt, in der Hitze schwach chlogelb, nach der Abkühlung farblos. Sie war, mit der reducirenden Flamme behandelt, in der Hitze farblos, nach der Abkühlung zeigte sie eine kaum

bemerkbare weißliche Trübung. Ein Zusatz von Eisenvitriol färbte sie durchaus nicht braun oder blutroth. Mit wenig Soda auf Platindraht verband sich der Körper unter Brausen und färbte die Perle schwach blaugrün, mit mehr Soda schmolz er unter Brausen zum klaren gelblichen Glase, in der inneren Flamme zum schmutzig grünlichen. Von noch mehr Soda wurde die Perle wieder unklar. Der Körper schien mir eine etwas kieselsäurehaltige Tantalsäure zu seyn, der eine Spur von Mangansalz beigemengt war :

0,0077 Grm. Ta_2O_5 .

Das Filtrat, welches die unreine Thonerde enthielt, wurde mit Alkohol gefällt; der Niederschlag von schwefelsaurer Kalkerde wog gegläht 0,0752 Grm., entsprechend

(0,0309 Grm. CaO , CO_2).

Die von der schwefelsauren Kalkerde abfiltrirte alkoholische Lösung wurde so lange erhitzt bis der Alkohol fort war, dann mit Wasser verdünnt und mit Ammoniak gefällt. Gab nach dem Glühen 0,4827 Grm. Thonerde. Das Filtrat aber gab noch 0,0054 Grm. Thonerde und

0,0085 Grm. 2 MgO , PO_4 .

Alle Thonerde, welche bis jetzt ausgeschieden war, zusammen 0,5075 Grm., wurde vereinigt, zerrieben, mit reiner Kieselsäure und kohlsaurem Natron gemengt und gegläht, um namentlich die Phosphorsäure zu bestimmen, welche darin war. Die geglähte Masse war von einem Mangangehalt blau. Sie gab 0,0319 Grm. pyrophosphorsaurer Talkerde, entsprechend

0,0204 Grm. PO_4 ,

ferner 0,0033 Grm. Talkerde, in der Form von pyrophosphorsaurem Salz gewogen

0,0091 Grm. 2 MgO , PO_4 ,

endlich

0,0148 Grm. Fe_2O_3 ,

welches etwas kupfer- und manganhaltig war. Diese drei Körper, Phosphorsäure, Talkerde und Eisenoxyd, wiegen zu-

sammen 0,0374 Grm. : sie verunreinigten die 0,5075 Grm. Thonerde; es bleiben also für die reinere Thonerde übrig

0,4689 Grm. Al_2O_3 .

Die rohe Soda war zu Anfang mit Salzsäure behandelt, zu dem was sich gelöst hatte war Ammoniak und Schwefelammonium gesetzt, es war dadurch ein schwarzer Niederschlag entstanden. Das Filtrat von diesem Niederschlage ist es, welches wir gegenwärtig betrachten wollen, es enthielt die Hauptmenge von Kalk-, Talkerde und Natron.

Das Filtrat wurde mit oxalsaurem Ammoniak niedergeschlagen, die oxalsäure Kalkerde richtig gewaschen, getrocknet, geglüht. Das Gemenge von freier und kohlenaurer Kalkerde wurde mit Salzsäure zersetzt. Die Masse wurde im Wasserbade so viel wie möglich getrocknet, dann mit Wasser übergossen und filtrirt. Es blieb auf dem Filtrum etwas Kieselsäure zurück, geglüht

0,0009 Grm. SiO_2 .

Das Filtrat gab, mit kohlensaurem Ammoniak heifs gefällt, einen schweren krystallinischen Niederschlag von kohlenaurer Kalkerde, welcher nach dem Trocknen bei 160°C .

(28,368 Grm. CaO , CO_2)

wog, und die von demselben getrennte Flüssigkeit gab, mit oxalsaurem Ammoniak gefällt, nach bekanntem Verfahren noch

(0,1106 Grm. CaO , CO_2).

Die oxalsäure Kalkerde, welche diese beiden Quantitäten von kohlenaurer Kalkerde lieferte, war indessen nicht rein, die Verunreinigungen befanden sich größtentheils in dem zuletzt erhaltenen Filtrate. Aus diesem erhielt ich, nachdem es verdampft und der Rückstand geglüht war,

0,0073	Grm. SiO_2
(0,5502	CaO , CO_2)
0,0575	2 MgO , PO_5
(0,2476	NaCl).

Die gesammte bis jetzt erhaltene kohlensaure Kalkerde, zusammen 29,2723 Grm., wurde mit sehr verdünnter Salpetersäure bei Siedhitze zersetzt und dabei ein Ueberschuß an Säure möglichst vermieden. Die Masse wurde auf dem Sandbade von allem Wasser befreit und mit absolutem Alkohol übergossen. Es blieb ein brauner manganhaltiger Rückstand, der abfiltrirt wurde. Das Filtrat, nach der Vertreibung des Alkohols in Wasser gelöst, lieferte mit salpetersaurem Silberoxyd 0,0045 Grm. Chlorsilbers, entsprechend 0,0017 Grm. Chlorcalciums, welche der kohlensauren Kalkerde beigemengt waren. Das Filtrat war frei von Mangansalz. Der braune manganhaltige Rückstand wurde mit kohlensaurem Natron geschmolzen; es blieb bei Behandlung mit Wasser ein Rückstand: das Filtrat von demselben gab nach Behandlung mit Salzsäure und Chlorbariumlösung 0,5257 Grm. schwefelsaurer Baryterde, entsprechend 0,3066 Grm. schwefelsaurer Kalkerde, welche der kohlensauren Kalkerde beigemengt waren; der Rückstand wurde wie oben mit Salpetersäure zersetzt, die Masse, nachdem sie vom Wasser befreit war, mit absolutem Alkohol behandelt. Das Filtrat war frei von Mangan, der braune Rückstand konnte aus salpetersaurer Strontian- und Baryterde bestehen und aus Mangansuperoxyd. Auf dem Filtrum mit Wasser übergossen gab er an dieses 0,0103 Grm. eines Salzes ab, welches nach sehr gelindem Glühen weiß war, sich in Wasser nicht sehr leicht löste und mit Schwefelsäure einen unlöslichen Niederschlag gab. Es färbte die Löthrohrflamme beim Anblasen grün. Wenn dieses Salz reine salpetersaure Baryterde war, so würde daraus folgen, daß eine Auflösung, welche 10000 Theile Chlorcalciums enthält, 3 Theile schwefelsaurer Baryterde in Auflösung zu halten vermöchte. 0,0103 Grm. salpetersaurer Baryterde entsprechen

0,0678 Grm. BaO, CO₂.

Der manganhaltige Rückstand wurde durch Salzsäure zersetzt, die Lösung war grünlich. Sie lieferte

0,0014 Grm. Si O₂,
0,0072 Mn₂ O₃,

welches ein wenig Eisen- und eine Spur von Nickeloxyd enthielt, ferner 0,0043 Grm. eines Gemenges von Kobaltoxydoxydul und Nickeloxydul,

0,0043 Grm. Co₂ O₃ und NiO,

mit einer Spur von Mangansalz und endlich etwas manganhaltiges Kupferoxyd :

0,0036 Grm. CuO.

In welcher Form aber waren Mangan, Kobalt, Nickel und Kupfer der kohlensauren Kalkerde beigemengt? Offenbar waren sie anfangs theils als basisch-kohlensaure, theils als oxalsaure Salze niedergeschlagen : die letzteren stellten sich beim Glühen auf bestimmte Oxydationsstufen; die ersteren aber verloren bei 160° C. zunächst ihre Kohlensäure (das Gewicht war bei dieser Temperatur so gut wie constant) und wurden dann in höhere Oxyde verwandelt, aber in welche? Ganz richtig ist es freilich nicht, anzunehmen, daß in der scharf getrockneten Masse die Metalloxyde in der Form, in der ich sie wog, d. h. in der Form derjenigen Oxyde, in welche die kohlensauren Salze durch schwaches Glühen verwandelt werden, vorhanden waren; aber verantworten kann man es wohl bei ihrer Geringfügigkeit, sie machen ungefähr 0,05 pC. der kohlensauren Kalkerde aus. Bei Berücksichtigung des Schwefelsäure- und Chlorgehalts, sowie der übrigen Verunreinigungen stellt sich das Gewicht der gefundenen kohlensauren Kalkerde auf 29,1666 Grm. fest :

29,1666 Grm. CaO, CO₂.

Das Filtrat von der als oxalsaures Salz niedergeschlagenen Hauptmenge der Kalkerde enthielt die Hauptmenge des Magniums und Natriums. Es wurde verdampft, der Rückstand gegläht.

Die Masse löste sich in Salzsäure vollständig, sie wurde mit Ammoniak und phosphorsaurem Ammoniak versetzt. Die niedergeschlagene phosphorsaure Ammoniak-Talkerde wog nach dem Glühen 0,8493 Grm. Diese bestanden aber nicht aus reiner pyrophosphorsaurer Talkerde, es zeigte sich, daß sie auch Alkali und sehr wenig Mangansalz enthielten. In Salzsäure gelöst und mit Bleisalz u. s. w. auf die bekannte Weise behandelt, lieferten sie (0,0124 Grm. Na Cl).

Es ergab sich später, daß diese frei von Magnium waren. Aber es wollte mir nicht gelingen den Mangangehalt der pyrophosphorsuren Talkerde zu bestimmen und ebensowenig glückte die Wiederabscheidung der Talkerde als phosphorsaure Ammoniak-Talkerde. Das Natrium konnte dem anfangs erhaltenen Doppelsalze nicht als Chlornatrium beigemischt seyn, dazu ist dieses zu löslich, auch nicht als das bekannte sehr lösliche mikrokosmische Salz: ich halte es für wahrscheinlicher, daß in dem Niederschlage etwas Natron die Talkerde substituirte, bei welcher Annahme die Unlöslichkeit eine Erklärung fände. Die gefundenen 0,0124 Grm. Chlornatriums entsprechen 0,0283 Grm. pyrophosphorsuren Natrons und es bleiben nach Abzug derselben für die etwas manganhaltige pyrophosphorsaure Talkerde 0,821 Grm. 2 MgO, PO₅ übrig.

Das Filtrat von der ursprünglich erhaltenen unreinen phosphorsuren Ammoniak-Talkerde enthielt die Hauptmenge des Natriums. Es wurde verdampft, der Rückstand geglüht. Was zurückblieb wurde in Wasser gelöst, mit überschüssigem basisch-essigsaurem Bleioxyd im Sieden vermischt. Der Niederschlag wurde abfiltrirt und gewaschen, das Filtrat mit Ammoniak und kohlen-saurem Ammoniak heiß gefällt. Der Niederschlag wurde abfiltrirt, das Filtrat mit Salzsäure versetzt und zur Trockniss verdampft. Der Rückstand wog, nachdem er geglüht war, 17,4881 Grm., welche fast nur aus Chlornatrium bestanden:

(17,4881 Grm. Na Cl).

Alle bei der Trennung der Talkerde von den Alkalien aus-
geschiedenen Bleisalze wurden mit Schwefelwasserstoff zersetzt.
Aus dem Filtrat wurden noch erhalten

(0,0299 Grm. Na Cl).

Alles dasjenige Chlornatrium, in welchem der Gehalt an Chlor-
kalium noch nicht bestimmt war, zusammen 17,778 Grm., wurde
in angesäuertem Wasser gelöst, dabei blieben

(0,0143 Grm. Si O₂)

zurück, die ich mit d bezeichne und deren Zerlegung ich schon
früher angeführt habe; dann wurde die Auflösung mit Schwe-
felwasserstoffwasser versetzt und etwas molybdänhaltiges Schwe-
felkupfer niedergeschlagen, welches nach hinlänglichem Glühen
0,0008 Grm. wog :

0,0008 Grm. CuO und Mo O₃.

Ich glaube einen meßbaren Fehler nicht zu begehen, wenn
ich die Summe dieser Verunreinigungen einfach von dem Ge-
wicht des Chlornatriums abziehe. Das Filtrat von dem Nieder-
schlage der Schwefelmetalle hielt alsdann nur 17,7629 Grm.
an alkalischen Chlormetallen. Diese gaben, in vollkommen
neutrale schwefelsaure Salze verwandelt, 21,5704 Grm. Das
sind aber 0,0118 Grm. mehr, als die Rechnung verlangt für
den Fall, daß die Masse aus reinem Natronsalze bestand. Dieser
Versuch scheint zu zeigen, daß Kali oder eine Basis, welche ein
höheres Atomgewicht hat als das Natron, nicht dabei war, wohl
aber eine Basis von niedrigerem Atomgewichte. Ob dieß nun Lithion
gewesen, wage ich nicht zu entscheiden. Von Talkerde konnte
ich keine Spur weiter finden.

17,7629 Grm. Na Cl.

Rohe Soda vom Pulver a.

39,375 Grm. gaben :

17,8012 Grm.	Na Cl	oder	7,0476 Grm.	Na	oder	17,8987 pC.
0,0858	K Cl		0,0451	K		0,1145
0,9251	2 MgO, PO ₃		0,1993	Mg		0,5062
29,1666	CaO, CO ₂		11,6666	Ca		29,6295
0,0078	BaO, CO ₂		0,0054	Ba		0,0137
0,0054	PbO		0,0050	Pb		0,0127

0,0130 Grm.	CuO und Mo O ₃ circa	0,01	Cu und Mo circa	0,0254 pC.
0,0067	Co ₂ O ₃ und NiO	0,0052	Co und Ni	0,0132
0,0072	Mn ₂ O ₄	0,0052	Mn	0,0132
0,4319	Fe ₂ O ₃	0,2990	Fe	0,7594
0,4689	Al ₂ O ₃	0,2499	Al	0,6346
1,9575	Si O ₂	0,9472	Si	2,4056
0,0991	Ti O ₂	0,0595	Ti	0,1511
0,0077	Ta O ₃	0,0068	Ta	0,0173
0,0204	PO ₅	0,0090	P	0,0228.

III. Um das Gewicht des in dem feinen Pulver b enthaltenen Wassers zu ermitteln, bestimmte ich darin die Quantität des Calciums; dieses macht den dritten Theil vom Gewicht der rohen Soda aus und seine Bestimmung ist mit den kleinsten Fehlern behaftet.

7,6579 Grm. rohe Soda vom Pulver b wurden mit Salzsäure zersetzt. Die Masse wurde im Wasserbade abgedampft, der Rückstand mit Wasser übergossen und die Auflösung filtrirt. Was zurückblieb wurde so lange geglüht bis die Kohle verbrannt war, dann mit Salzsäure übergossen und darauf im Wasserbade zur Trocknifs gebracht. Der Rückstand wurde mit Wasser übergossen, die Auflösung filtrirt und das Filtrat mit dem zuerst erhaltenen vermischt. Es wurde mit Ammoniak versetzt und der Niederschlag von Thonerde und Eisenoxyd abfiltrirt. Aus dem Filtrat wurde das Calcium durch oxalsaures Ammoniak niedergeschlagen. Die oxalsäure Kalkerde wurde ausgewaschen, getrocknet und geglüht und das Gemenge aus freier und kohlensaurer Kalkerde in Essigsäure gelöst. Die Auflösung wurde zum Sieden erhitzt und mit kohlensaurem Ammoniak vermischt. Die kohlensäure Kalkerde wog, bei 160° C. getrocknet,

(5,4481 Grm. CaO, CO₂).

Die Auflösung, aus welcher sie niedergefallen war, wurde mit oxalsaurem Ammoniak vermischt und die dadurch aus-

geschiedene oxalsaure Kalkerde gewaschen, getrocknet und in kohlensaure Kalkerde verwandelt; diese wog
(0,1519 Grm. CaO , CO_2).

Beide Quantitäten wurden vereinigt und in Salpetersäure gelöst. Auf Zusatz von Alkohol entstand keine Fällung, was die Abwesenheit von schwefelsaurer Kalkerde darthut, und nach Zusatz von salpetersaurem Silberoxyd zu der vom Alkohol durch Kochen befreiten Lösung blieb die Flüssigkeit klar, was die Abwesenheit von Chlorcalcium darthut. Nach Abscheidung des Silbers durch Salzsäure wurde die Auflösung erst mit Chlorwasser, dann mit Ammoniak versetzt. Es fiel ein Gemenge von Superoxyden mit Kieselsäure, Thonerde und Eisenoxyd. Nach dem Glühen und Behandeln mit Salzsäure blieben 0,005 Grm. Kieselsäure zurück, von diesen stammten indessen 0,0016 Grm. aus den eingeäscherten Filtras, also bleiben als Verunreinigung der kohlensauren Kalkerde

0,0034 Grm. SiO_2 ,

übrig. Das Filtrat von der Kieselsäure wurde abermals mit Chlorwasser versetzt und mit Ammoniak vermischt, und der braune flockige Niederschlag gewaschen, getrocknet und geglüht, er wog 0,0036 Grm. Da er indessen 0,0014 Grm. Thonerde und Eisenoxyd aus den Filtras enthielt, so bleiben als Verunreinigung für die kohlensaure Kalkerde nur

0,0022 Grm.

übrig. Diefs waren Oxyde von Nickel, Mangan und Kobalt. Nach Abzug dieser Verunreinigungen bleiben für die kohlensaure Kalkerde

5,5894 Grm. CaO , CO_2 .

Das aus der Auflösung der rohen Soda im Anfang niedergeschlagene Gemenge aus Thonerde- und Eisenoxydhydrat enthielt ein wenig phosphorsaure Kalkerde. Es wurde in Salzsäure gelöst und zur Lösung etwas Schwefelsäure und viel Alkohol gesetzt. Es schied sich schwefelsaure Kalkerde aus, geglüht 0,0201 Grm., entsprechend

0,0148 Grm. CaO , CO_2 .

Das an Salmiak und oxalsaurem Ammoniak reiche Filtrat, welches die Alkalien der rohen Soda enthielt, wurde verdampft und der Rückstand gegläht. Die salzsaure Lösung desselben gab mit Ammoniak eine spärliche Fällung und die von dieser abfiltrirte Flüssigkeit gab mit oxalsaurem Ammoniak noch einen Niederschlag von oxalsaurer Kalkerde, welche lieferte

0,0039 Grm. CaO , CO_2 .

Der Theil der rohen Soda, welcher der Einwirkung der Salzsäure widerstanden hatte, wurde durch Flusssäure zerlegt. Aus diesem erhielt ich

0,0113 Grm. CaO , CO_2 .

Rohe Soda vom Pulver b.

7,6579 Grm. gaben 5,6194 Grm. CaO , CO_2 oder 2,2478 Grm. Ca oder 29,3522 pC.

Das Pulver a gab im Mittel 29,6333 pC. Calcium, das Pulver b dagegen 29,3522 pC. Hieraus folgt, dafs je 100 Grm. des Pulvers b 0,9486 Grm. Feuchtigkeit enthielten, welche beim Pulvern im Mörser aus der Luft angezogen worden waren und im Pulver a fehlten.

IV. *Bestimmung des Schwefels.*

Durch Behandlung von roher Soda mit chlorsaurem Kali und Salzsäure in einem Kolben, dem ein System von vier anderen, mit derselben oxydirenden Mischung gefüllten, so angefügt war, dafs die entweichenden Gase durch dieselbe hindurch muften, erhielt ich nach dem Vermischen der Flüssigkeiten, Filtriren und Fällern des Filtrats mit Chlorbariumlösung einen Niederschlag, welcher nach dem Waschen, Trocknen, Glühen und Ausziehen mit Salzsäure eine Quantität schwefelsaurer Baryterde gab, welche einem Schwefelgehalte der rohen Soda von 14,71 pC. entspricht. Aber man sah, dafs aus dem letzten Kolben mit der Kohlensäure Chlorschwefel entwich. Als ich den Versuch mit einer gröfseren Anzahl von Kolben widerholte, wurden die Gefäfsse durch Explosionen zertrümmert.

Ich erhitzte darauf ein Gemenge von roher Soda mit

Salpeter über der Lampe, es erfolgte eine schwache Verpuffung und es erhob sich einiger Rauch : ich erhielt aus dieser Masse eine Quantität von schwefelsaurer Baryterde, welche einem Schwefelgehalte von 15,31 pC. entspricht.

Mischt man aber die [rohe Soda mit Salpeter und vielem Kalihydrat, so erfolgt die Zersetzung allmählig und man erleidet gar keinen Verlust.

5,8707 Grm. roher Soda vom Pulver b, = 5,815 Grm. vom Pulver a, wurden mit ungefähr 8 Grm. Salpeter und 17 Grm. Kalihydrat (beide schwefelfrei, das letztere aus einer Lösung des käuflichen in absolutem Alkohol bereitet) in einer Schale von Silber gemischt und geglüht. Die blasige Masse war an der Oberfläche himmelblau von mangansaurem Salz, sie war also vollständig oxydirt. Sie wurde mit Wasser aufgeweicht, in ein Becherglas gespült und mit Salzsäure zersetzt, der unscheinbare Rest in der Schale wurde in Salzsäure gelöst und der Hauptmasse hinzugefügt. Das Ganze wurde mit vielem Wasser übergossen und einige Tage lang auf dem Sandbade erhitzt, damit alle schwefelsaure Kalkerde aufgelöst würde. Nachdem die Lösung von dem Rückstande, den ich a nennen will, abfiltrirt war, wurde sie siedend mit Chlorbariumlösung gefällt. Die schwefelsaure Baryterde wog nach dem Auswaschen, Trocknen und Glühen 6,2805 Grm. Sie enthielt kleine Quantitäten von Kali, Natron, Kalkerde, Kupferoxyd und Eisenoxyd mit Kiesel-, Titan-, Molybdän-, Flufs- und Salzsäure verbunden. Sie wurde mit starker Salzsäure gekocht. Nach Zusatz von Wasser wurde filtrirt (das Filtrat nenne ich b). Die schwefelsaure Baryterde wog nach dem Trocknen und Glühen 6,2684 Grm. :

(6,2684 Grm. BaO, SO₃).

Der Theil der himmelblauen Masse, welchen Salzsäure nicht löste (der Rückstand a), wurde mit Salpeter und Kalihydrat geglüht. Der wässrige Auszug wurde mit Salzsäure zersetzt,

im Wasserbade getrocknet. Das Filtrat lieferte mit Chlorbariumlösung

0,0015 Grm. BaO, SO₃.

Der salzsaure Auszug aus der Hauptmenge der schwefelsauren Baryterde (das Filtrat b) war alkalihaltig, gab bei freiwilligem Verdunsten farblose Nadeln von schwefelsaurer Kalkerde und einzelne blaugrüne kleine Krystalle, welche Molybdänsäure und Kupferoxyd enthielten. Nachdem die Masse in heißem saurem Wasser gelöst war, wurde sie mit Chlorbariumlösung vermischt : ich erhielt

0,0103 Grm. BaO, SO₃.

Die Hauptmenge der schwefelsauren Baryterde, die obigen 6,2684 Grm., wurde mit dem vierfachen Gewicht an kohlensaurem Natron gemengt und die Masse geschmolzen. Nachdem diese einige Tage lang mit Wasser digerirt worden war, wurden die aufgelösten Salze von dem Rückstande (c) abfiltrirt. Das Filtrat wurde in einem Glase mit überschüssiger Salzsäure zersetzt, wobei weißse Flocken sich ausschieden. Diese lösten sich auch beim Kochen nicht auf und es ist zu bemerken, daß das Glas an einigen Stellen matt geätzt wurde. Die Masse wurde in einer Platinschale zur Trocknifs gebracht; beim Wiederauflösen in Wasser blieb ein Rückstand, welcher hauptsächlich aus Kieselsäure und Titansäure bestand. Das Filtrat von diesen wurde siedend mit Chlorbariumlösung versetzt und der Niederschlag von schwefelsaurer Baryterde gewaschen, getrocknet und geglüht, er wog 6,2322 Grm. Da er dicht und hart war, so wurde er im Mörser zerrieben, darauf mit Salzsäure gekocht (das salzsaure Filtrat d). Was unaufgelöst blieb wog nach dem Auswaschen, Trocknen und Glühen bis zu constantem Gewicht 6,1961 Grm. Diese nahmen noch um 0,0035 Grm. zu, als sie abwechselnd mit Schwefelsäure und kohlensaurem Ammoniak stark geglüht wurden. Es hatte sich im Laufe dieses Versuchs die Gegenwart von

Flusssäure zu erkennen gegeben und es mag die Gewichtsvermehrung durch Glühen mit Schwefelsäure einem Rückhalt von Fluorbarium in der schwefelsauren Baryterde zugeschrieben werden. Wahrscheinlich wurde aus der sauren Auflösung nicht Fluorbarium, sondern Kieselfluorbarium mit der schwefelsauren Baryterde niedergeschlagen, welches beim wiederholten Glühen Fluorbarium gab. Die Rechnung ergibt 0,0104 Grm. Fluorbarium und

6,1857 Grm. BaO , SO_3 .

Das salzsaure Filtrat d enthielt schwefelsaures Natron, welches mit der schwefelsauren Baryterde vor dem Glühen ein unlösliches Doppelsalz ausmachte: ich erhielt durch Fällung mit Chlorbariumlösung

0,0248 Grm, BaO , SO_3 .

Der Rückstand c, welcher hauptsächlich die durch die Zersetzung der schwefelsauren Baryterde mit kohlensaurem Natron gebildete kohlensaure Baryterde ausmachte, enthielt neben Kalkerde, Natron und Eisenoxyd eine ganz geringfügige Quantität von unzersetzter schwefelsaurer Baryterde, nämlich

0,001 Grm. BaO , SO_3 .

Rohe Soda vom Pulver a.

5,815 Grm. gaben 6,2233 Grm. BaO , SO_3 oder 0,8483 S oder 14,5849 pC.

V. Bestimmung des Kohlenstoffs, Wasserstoffs, Stickstoffs.

Ich habe in I den Verlust angegeben, welchen der in Salzsäure unlösliche Rückstand der rohen Soda durch Glühen erlitt; die Braunkohle verbrannte dabei, d. h. es entwich ihr Kohlenstoff, Sauerstoff, Wasserstoff und Stickstoff. Die Summe von diesen ist es, welche dem Glühverluste entspricht: er betrug 2,6146 pC.

Ferner habe ich den Kohlenstoff- und Wasserstoffgehalt der Braunkohle auf folgende Weise bestimmt. Eine Quantität roher Soda vom Pulver a wurde zum feinsten Pulver zerrieben, dann mit Salzsäure zersetzt. Die Masse wurde zur Trockniss

gebracht, mit Salzsäure durchtränkt und mit Wasser übergossen. Das Ungelöste wurde auf Asbest gesammelt, gewaschen und bei 160° C. getrocknet. Es wurde mit chromsaurem Bleioxyd gemischt und in ein Glasrohr gefüllt. Durch dieses liefs ich zur Entfernung von hygroskopischem Wasser mehrere Stunden lang einen Strom trockner kohlensäurefreier Luft streichen, während das Rohr in einen grossen Haufen von Sand eingelegt war, welcher auf 130° C. erhitzt war. Hierauf wurde der Kohlenstoff und Wasserstoff in der Weise einer organischen Elementaranalyse bestimmt :

Rohe Soda vom Pulver a.

14,723 Grm. gaben 1,1621 Grm. CO₂ oder 2,1524 pC. Kohlenstoff.

14,723 Grm. gaben 0,0554 Grm. HO oder 0,0421 pC. Wasserstoff.

Zur Bestimmung des Stickstoffgehalts der Braunkohle wurde mit einer Quantität roher Soda zuerst wie oben verfahren, darauf der Rückstand nach der Methode von Will und Varentrapp mit Natronkalk und etwas reiner ammoniakfreier Weinsäure geglüht :

Rohe Soda vom Pulver a.

35,322 Grm. gaben 0,211 Grm. Platinsalmiak und durch Glühen desselben mit etwas Oxalsäure 0,0933 Grm. Platin oder 0,0376 pC. Stickstoff. (Die mit Salzsäure behandelte rohe Soda enthält eine Spur von Berlinerblau, dessen Stickstoff- und Kohlenstoffgehalt in den gefundenen Werthen mitinbegriffen ist).

Die rohe Soda enthielt in der Braunkohle :

Kohlenstoff	2,1524 pC.
Wasserstoff	0,0421
Stickstoff	0,0376
Sauerstoff (Verlust)	0,3825
	<hr/> 2,6146.

Der Kohlensäuregehalt der rohen Soda wurde nach der Methode von Will und Fresenius bestimmt. Der Versuch

hat einen ganz regelmässigen Verlauf, wenn man das feine Pulver von roher Soda mit einem grossen Ueberschufs von neutralem chromsaurem Kali und ausserdem mit etwas reinem Quarzsand vermischt, wodurch man ein Zusammenballen der Masse vermeidet :

Rohe Soda vom Pulver b	Rohe Soda vom Pulver a		Kohlensäure
1,8401 Grm. oder	1,8226 Grm. verloren	0,2877 Grm. CO ₂ oder	15,785 pC.
2,1975	2,1767	0,341	15,665
2,227	2,2059	0,3453	15,653
			<hr/>
			im Mittel 15,7 pC.,

welche 4,2818 pC. Kohlenstoff entsprechen. Also sind in der rohen Soda im Ganzen 6,4342 pC. Kohlenstoff enthalten.

Bei der Bestimmung des Wasserstoffgehaltes der rohen Soda bin ich auf Schwierigkeiten gestossen, die ich nicht zu überwinden vermochte. Es ist unerlässlich, dass man sie als Pulver anwendet, dieses absorbiert aber schon bei seiner Bereitung Wassergas aus der Luft und ferner bei jeder neuen Operation, der man es unterwirft, um den Wasserstoff zu bestimmen. Man müsste in einem absolut trockenen Raume arbeiten, um ein richtiges Resultat zu erhalten. Ich habe indessen doch folgende Versuche anstellen zu müssen geglaubt; rohe Soda vom Pulver b, welche bekanntlich 0,9486 Grm. Wasser mehr enthielt als das Pulver a, wurde mit vollkommen trockenem chromsaurem Bleioxyd gemischt und die Mischung in ein vorher getrocknetes Verbrennungsrohr gefüllt. Dann wurde wasserfreie Luft mittelst eines Aspirators durch das Rohr gesogen und dieses mit einem grossen Haufen von heissem Sande umgeben. Das verdampfbare Wasser wurde auf diese Weise entfernt und von einem gewogenen Chlorcalciumrohre aufgenommen. Nach vierstündiger Thätigkeit des Aspirators wurde dieses weggenommen und gewogen (ich überzeugte mich, dass bei Wiederholung dieser Operation kein Wasser weiter entwich), darauf dem Verbrennungsrohre wieder angefügt, welches nun

bis zum Glühen erhitzt wurde. Der Aspirator war unterdessen thätig und führte das nun erscheinende Wasser dem Chlorcalciumrohre zu :

Rohe Soda vom Pulver b	Mit Sand von	Wasser	Beim Glühen Wasser
2,039 Grm.	103° C.	0,023 Grm.	0,0265 Grm.
2,4895	145	0,023	0,021
2,9574	146	0,0221	0,0268
2,437	150	0,024	0,0273
<hr/> 9,9229		<hr/> 0,0921	<hr/> 0,1016

d. h. 9,9229 Grm. entliefen bei 103 bis 150° C. 0,0921 Grm. Wasser oder 0,928 pC., eine Quantität, welche von den 0,9486 pC. Wasser wenig abweicht, welche das Pulver b mehr enthielt als das Pulver a. Beim Glühen aber entwickelten sich 0,1016 Grm. Wasser oder 1,024 pC.; diese enthielten die aus dem Wasserstoff der Braunkohle gebildeten 0,375 pC. Wasser. Woher aber der Ueberschufs stammt, läßt sich mit Bestimmtheit nicht angeben; er kann eben so gut von hygroscopischem Wasser herrühren, welches die rohe Soda beim Pulvern und Mischen aufgenommen und chemisch gebunden hatte, als auch von solchem, welches in derselben präexistirte.

Ich habe rohe Soda mit absolutem Alkohol ausgezogen, das Filtrat enthielt 0,207 pC. vom Gewicht der rohen Soda an Natron, welches so gut wie schwefelfrei war. Diese verlangen 0,06 pC. Wasser, um NaO, HO zu bilden. Als ich indessen ein geschmolzenes Gemenge von vieler Kalkerde mit wenig Natronhydrat, nachdem es gepulvert war, mit absolutem Alkohol behandelte, so wurde von diesem nur eine Spur von Alkali aufgelöst; die rohe Soda konnte also kaustisches Natron zurückhalten, welches sie an den Alkohol nicht abtrat.

Aber ich halte es für gar nicht unmöglich, dafs die rohe Soda ganz frei von kaustischem Natron war; die Kieselsäure z. B. giebt beim anhaltenden Glühen mit einer gewissen Menge von kohlensaurem Natron eine Verbindung, welche im Zimmer zu einer sehr ätzenden Lauge zerfließt.

VI. Bestimmung des Chlorgehalts.

Der Chlorgehalt wurde nach zwei Methoden bestimmt :

1) Rohe Soda wurde mit einer Auflösung von reinem salpetersaurem Kupferoxyd übergossen und mit überschüssiger Salpetersäure zersetzt. Das Filtrat trübte sich beim Auswaschen durch braune und weißliche Flocken. Es wurde nochmals filtrirt und die klare Auflösung mit salpetersaurem Silberoxyd gefällt. Der Niederschlag von unreinem Chlorsilber wurde auf einem bei 160° C. getrockneten Filtrum gesammelt, längere Zeit derselben Temperatur ausgesetzt und gewogen, a. Er wurde dann mit Ammoniak ausgezogen, welches kupferhaltiges aber chlorfreies Schwefelsilber auf dem Filtrum zurückliefs. Die ammoniakalische Lösung wurde mit überschüssiger Salpetersäure vermischt und der Niederschlag von noch nicht ganz reinem Chlorsilber getrocknet und gewogen, b. Nachdem diese Operation noch einmal wiederholt war, erhielt ich ein in Ammoniak ohne wägbaren Rückstand lösliches Chlorsilber, c.

Rohe Soda vom Pulver a	unreines Cl Ag a	noch nicht b	reines Cl Ag b	reines Ag Cl c
11,206 Grm.	gaben 0,129 Grm.	0,113 Grm.	0,1114 Grm.	

oder 0,2455 pC. Chlor. Um die Verunreinigung des Chlorsilbers durch Schwefelmetalle zu vermeiden, schlug ich folgenden Weg ein, aber ohne bessern Erfolg :

2) Rohe Soda wurde in der Kälte mit Wasser übergossen und mit Essigsäure zersetzt. Die Masse wurde so lange bei Seite gestellt, bis das Schwefelwasserstoffgas fort war, darauf mit 6,384 Grm. kohlensaurer Baryterde vermischt und im Wasserbade zur Trocknifs gebracht. Nach dem Filtriren und Auswaschen (der Rückstand lieferte eine unwägbare Spur von Chlorsilber) wurde die Flüssigkeit mit etwas Salpetersäure, darauf mit salpetersaurem Silberoxyd versetzt. Das ausgeschiedene Chlorsilber wurde wie oben bei 160° C. getrocknet und gewogen, a. Bei Behandlung mit Ammoniak liefs es einen

chlorfreien Rückstand von Schwefelsilber und etwas Barytsalz. Das Filtrat gab mit Salpetersäure einen Niederschlag von Chlorsilber b, welcher sich diesmal in Ammoniak ohne wägbaren Rückstand auflöste :

Rohe Soda vom Pulver a	unreines Ag Cl a	reines Ag Cl b
4,4615 Grm. gaben	0,1115 Grm.	0,0552 Grm.

Aber die zugesetzte kohlensaure Baryterde enthielt eine Quantität von Chlorbarium, welcher 0,0048 Grm. Chlorsilbers entsprechen; nach Abzug derselben kommen auf die rohe Soda 0,0504 Grm. Chlorsilber oder 0,2788 pC. Chlor. Im Mittel 0,2622 pC. Chlor.

VII. Bestimmung des Fluors.

Bei Gelegenheit der Schwefelbestimmung habe ich erwähnt, dafs sich die Gegenwart von Fluor deutlich verrieth. Auch der Niederschlag, welchen Ammoniak in der salzsauren Lösung von roher Soda hervorbringt, ist fluorhaltig, denn er ätzt den Boden eines Glasgefäfses, in welchem man ihn mit Schwefelsäure bis zu ihrer Verflüchtigung erhitzt, wiewohl nur äufserst schwach. Es gelang mir im Anfang nicht, eine charakteristische Fluorverbindung darzustellen, aber später erhielt ich Fluorsiliciumkalium, als ich auf folgende Weise verfuhr: Rohe Soda wurde mit etwas weniger als dem gleichen Gewicht an Salpeter gemengt und das Gemenge nach und nach in eine glühende Silberschale eingetragen. Jede Portion brannte mit schwacher Verpuffung ab. Die blasige halbgeschmolzene Masse wurde mit Wasser digerirt und von dem Rückstande abfiltrirt. Das Filtrat war lauchgrün und wurde nach mehrtägigem Erwärmen unter Bildung von Spuren einer gelbbraunen Fällung farblos. Es wurde zur Trocknifs gebracht und der Rückstand mit Kieselsäure und vielem Salmiak gemengt. Bei ganz gelinder Wärme wurde darauf zuerst sehr viel kohlensaures Ammoniak ausgetrieben, wobei, wie ich mich überzeugte, kein

Fluorsiliciumammonium entwich. Die Masse wurde darauf in eine Platinschale gethan, welche mit einer Porcellanschale bedeckt wurde, in der sich Wasser befand. Beim Erhitzen der Platinschale, welches bald bis zum Glühen gesteigert wurde, sublimirte an die Porcellanschale ein Gemenge von Salmiak und Fluorsiliciumammonium. Der Rückstand in der Platinschale wurde von neuem mit Salmiak gemengt und bis zum Schmelzen erhitzt. Das Sublimat wurde mit dem zuvor erhaltenen vereinigt und in der kleinsten Menge Wassers gelöst. Die Lösung wurde mit etwas Chlorkalium versetzt, darauf mit Alkohol. Nach einigen Tagen hatte sich ein Niederschlag gebildet, welcher hauptsächlich aus Salmiak bestand. Er wurde gesammelt und mit wenig Wasser behandelt, wobei ein äußerst schwerlösliches Krystallpulver zurückblieb, welches, mit dem Mikroscope betrachtet, die Form des Fluorsiliciumkaliums hatte und sich überhaupt als solches erwies; es wurde auf einem gewogenen Filtrum gesammelt und bei 100° C. getrocknet.

Rohe Soda	Fluorsiliciumkalium	Fluor	Fluor
24,648 Grm.	gaben 0,0068 Grm. oder	0,0035 Grm. oder	0,0142 pC.

Dagegen berechnen sich aus der Gewichtszunahme, welche bei der Schwefelbestimmung die fluorhaltige schwefelsaure Baryterde durch Glühen mit Schwefelsäure erfuhr, 0,0383 pC. Fluor.

Gefunden für 100 :

Calcium	29,6295	Kalium	0,1145
Sauerstoff (Verlust)	26,4069	Wasserstoff	0,0421
Natrium	17,8987	Stickstoff	0,0376
Schwefel	14,5849	Kupfer und Molybdän	0,0254
Kohlenstoff	6,4342	Phosphor	0,0228
Silicium	2,4056	Tantal	0,0173
Eisen	0,7594	Fluor	0,0142
Aluminium	0,6346	Barium	0,0137
Magnium	0,5062	Kobalt und Nickel	0,0132
Chlor	0,2622	Mangan	0,0132
Titan	0,1511	Blei	0,0127

Die rohe Soda enthielt entweder gar kein Schwefelnatrium oder nur Spuren davon; dasselbe gilt von einem Gehalte an unterschwefligsaurem Salze. Sie wurde in einem Kolben mit Wasser von 10° C. übergossen und mit diesem, nachdem die Mündung verkorkt war, während eines Tages häufig geschüttelt. Die Auflösung war farblos, sie enthielt also kein Mehrfach-Schwefelmetall. Sie wurde rasch filtrirt, wodurch sie einen Stich ins Gelbe bekam, darauf mit Chlorsilber häufig geschüttelt. Das Chlorsilber hatte sich geschwärzt, es wurde auf einem Filtrum gesammelt und mit Ammoniak ausgezogen. Auf dem Filtrum blieb das Schwefelsilber a zurück. Das Filtrat von dem geschwärzten Chlorsilber, welches Chlorsilber enthalten mußte, wenn ein unterschwefligsaures Salz zugegen war, wurde erhitzt und mit Salzsäure übersättigt; dadurch fiel das Schwefelsilber b.

Rohe Soda vom	Ag S	Ag S
Pulver a	a	b
28,402 Grm. gaben	0,374 Grm.	0,0343 Grm.

Die erste Quantität Schwefelsilbers entspricht 0,17 pC. Schwefel, welche sich anfangs offenbar in der Form von Einfach-Schwefelnatrium in Lösung befanden; die zweite Quantität entspricht 0,015 pC. Schwefel, welche die Hälfte des Schwefels vom unterschwefligsauren Natron enthielten. Wenn man aber gewahr wird, daß mit Wasser übergossene rohe Soda um so mehr lösliches Schwefelmetall giebt, je länger die Einwirkung dauert, daß also eine langsame Umsetzung stattfindet, so sieht man leicht ein, daß die Gegenwart von Schwefelnatrium in dem wässerigen Auszuge gar nicht beweisen kann, daß diese Verbindung in der rohen Soda überhaupt existirt. Dasselbe gilt von dem unterschwefligsauren Salze, da es ein Product der Einwirkung von Luft auf die vorige Verbindung ist. Indessen konnte die rohe Soda den obigen Resultaten zufolge schwerlich mehr als 0,25 pC. Na S und 0,15 pC. NaO, S₂ O₂ (oder 0,23 pC. Ca S und 0,14 pC. CaO, S₂ O₂)

enthalten. Wahrscheinlich war sie ganz frei von beiden. Dafs sie nur eine Spur von schwefelsaurem Salze enthielt, habe ich früher erwähnt.

Nicht unbeträchtlich ist in der rohen Soda die Quantität der Kieselsäure. Der ungleich gröfsere Theil wird bei Behandlung mit verdünnten Säuren gelöst oder als Gallerte ausgeschieden und war also an Basen gebunden; ein kleinerer Theil wird zwar von heifsen Säuren angegriffen, aber nur langsam, er befindet sich im Verein mit Thonerde und starken Basen im Rückstande der mit verdünnter Salzsäure aufgeschlossenen Masse. Er ist ein Bestandtheil des Thons, welcher die Soole des Ofens ausmacht, vielleicht eines unzersetzten feldspathartigen Körpers. Endlich bemerkt man noch in jenem Rückstande einzelne Sandkörner, aber ihre Menge war in der untersuchten Probe äufserst gering.

Die Quantität der löslichen Kieselsäure beträgt nach Versuch I 4,5564 pC., die der fast unlöslichen mit Einschluss des Sandes 0,415 pC. Um zu erfahren, wie grofs die Quantität von Basis wäre, mit welcher sich die Kieselsäure in der rohen Soda verbunden hätte, schmolz ich Kieselsäure mit kohlen-saurem Natron und bestimmte die Menge der ausgetriebenen Kohlensäure, da die ihr äquivalente Menge von Natron die Quantität der gesättigten Basis angeben mufs. Ich bereitete ein inniges Gemenge von 0,6144 Grm. geglühter Kieselsäure und 14,81 Grm. wasserfreien kohlen-sauren Natrons und glühte dies bei langsam gesteigerter Hitze mäfsig stark. Nachdem ich den Gewichtsverlust notirt hatte, schmolz ich das Gemenge zu wiederholten Malen über der Aeolipile, wobei es jedesmal während 8 Minuten in Flufs war; das Gemenge hatte verloren :

1mal geglüht	0,4036 Grm. CO ₂	4mal geglüht	0,6154 Grm. CO ₂
2 " "	0,5575	5 " "	0,6386
3 " "	0,5919	6 " "	0,6466

7mal	geglüht	0,659 Grm. CO ₂	11mal	geglüht	0,6895 Grm. CO ₂
8 "	"	0,6656	12 "	"	0,6931
9 "	"	0,6758	13 "	"	0,6953
10 "	"	0,6793	14 "	"	0,6961

d. h. 0,6144 Grm. Kieselsäure hatten nach zweistündigem Schmelzen mit einem großen Ueberschuß von kohlensaurem Natron aus diesem 0,6961 Grm. Kohlensäure ausgetrieben, welches für eine Temperatur, in der Silber erweicht (das war die angewandte), nahezu das Maximum zu seyn scheint. Die 0,6961 Grm. Kohlensäure waren mit 0,9872 Grm. Natron verbunden gewesen, 0,6144 Grm. Kieselsäure hatten sich also mit 0,9872 Grm. Natron verbunden, oder nahezu 2 Aeq. Si O₂ mit 3 Aeq. NaO; die Rechnung verlangt 0,9275 Grm. NaO oder einen Glühverlust von 0,654 Grm. Nach dem Versuch betrug dieser indessen 0,0421 Grm. mehr, woraus hervorgeht, daß die Kieselsäure das Vermögen besitzt, noch basischere Verbindungen zu bilden. Durch einmaliges Glühen war die neutrale Verbindung NaO, Si O₂ gebildet: die Rechnung verlangt einen Glühverlust von 0,436 Grm.

Auch die Thonerde ist in der rohen Soda in verschiedenartigen Verbindungen enthalten; die Quantität, welche von Säuren leicht aufgelöst wird, beträgt nach Versuch I 1,1325 pC., die schwer zersetzbare 0,0613 pC. Ich machte einen Versuch, das Verhalten der Thonerde zu überschüssigem kohlensaurem Natron bei Schmelzhitze kennen zu lernen. 0,6902 Grm. Thonerde wurden mit 12,9225 Grm. kohlensauen Natrons geglüht, das erste Mal mäfsig stark, die übrigen Male über der Aeolipile. Das Gemenge hatte verloren:

nach	1maligem Glühen	0,3076 Grm. CO ₂
"	3 "	" 0,3247
"	5 "	" 0,3386
"	8 "	" 0,3464
"	10 "	" 0,3529
"	13 "	" 0,3564

d. h. 0,6902 Grm. Thonerde hatten 0,3564 Grm. Kohlensäure ausgetrieben, oder sich mit 0,5054 Grm. Natrons verbunden. Es hatten sich 5 Aeq. $\text{Al}_2 \text{O}_3$ mit 6 Aeq. NaO verbunden; die Rechnung verlangt 0,5028 Grm. NaO oder einen Glühverlust von 0,3545 Grm. Durch einmaliges Glühen war die Verbindung NaO , $\text{Al}_2 \text{O}_3$ gebildet; die Rechnung verlangt einen Glühverlust von 0,2954 Grm.

Wie nun aber Kieselsäure oder Thonerde, jede für sich mit einem Ueberschuß von kohlensaurem Natron gegläht, je nach der Dauer der Einwirkung und der angewandten Hitze verschiedene Verbindungen eingeht, so scheint dieß auch der Fall zu seyn, wenn sie alle drei zusammen gegläht werden. Nach Berzelius' Angabe bildet sich hierbei NaO , $\text{Al}_2 \text{O}_3$, 2 SiO_2 . Ich erhielt nach dem Auslaugen eines beim Glühen stark zusammengesinterten Gemenges zuerst mit Wasser, dann mit einer verdünnten Auflösung von kaustischem Natron und nach dem Trocknen des Rückstandes bei 100°C : die Verbindung NaO , $\text{Al}_2 \text{O}_3$, 3 SiO_2 , 3 HO . Diese hat die Zusammensetzung von Natrolith + HO . Aber der Wassergehalt spricht für die Möglichkeit einer späteren Zersetzung und deßhalb ist das Resultat durchaus nicht entscheidend.

Das Resultat der Analyse ist, wenn ich das Zufällige und Unwesentliche unberücksichtigt lasse :

	pC.	Na	Ca	S	C	O
Kohlensaures Natron	37,8	16,6			4,3	17,1
Chlornatrium	0,4	0,2				
3 Ca S, CaO	40,0		23,6	14,0		2,0
Kalkerde	8,5		6,1			2,4
Talkerde	0,8					0,3
Natron	1,6	1,2				0,4
Kieselsäure	5,0					2,6
Thonerde	1,2					0,6
Schwefeleisen	1,2			0,5		
Braunkohle	2,6				2,2	0,4
	99,1	18,0	29,7	14,5	6,5	25,8

Ich will zum Schlufs die vorzüglichsten Mängel dieser Zusammenstellung hervorheben.

In der rohen Soda mußte eine Quantität kohlensaurer Kalkerde enthalten seyn, welche sich auf mehrere Procente beläuft. Wäre nämlich, wie in der Uebersicht, alle Kohlensäure an Natron gebunden, so bliebe für die Kieselsäure und Thonerde viel zu wenig Natron übrig, es würden ungefähr 4 pC. Natron fehlen. Dafs aber eine nicht unbedeutende Menge von Kieselsäure und Thonerde in der rohen Soda an Natron gebunden ist, erkennt man deutlich daran, dafs der wässerige Auszug viel Kieselsäure und Thonerde enthält.

Aus der Gegenwart von kohlensaurer Kalkerde folgt aber keineswegs die von ätzendem Natron; es ist genug Kieselsäure und Thonerde vorhanden, um mit dem Natron Verbindungen zu bilden.

Ich habe, um die Hypothese so fern wie möglich zu halten, Kalkerde, Talkerde und Natron, so wie Kieselsäure und Thonerde einzeln aufgeführt und mich damit begnügt, auf das Verhältnifs zwischen dem Sauerstoffgehalt der drei Basen und dem der beiden Säuren aufmerksam zu machen, und es scheint mir, als ob dieses Verfahren allein bei unsern gegenwärtigen Kenntnissen sich rechtfertigen liefse. Wir finden, dafs der Sauerstoffgehalt der Basen dem der Säuren fast gleich ist, dafs also die Kieselsäure und Thonerde in der rohen Soda hauptsächlich basischen Verbindungen angehören. Es ist eine kleine, nach Versuch I höchstens $\frac{1}{2}$ pC. ausmachende Quantität, welche sauren Verbindungen angehört, die Quantität nämlich, welche von Salzsäure nur schwierig angegriffen wird.

Man darf nicht vergessen, dafs die Zahlen, welche in der Zusammenstellung den Procentgehalt an Kalkerde, Talkerde und Natron angeben, falsch sind, dafs aber ihr Sauerstoffgehalt richtig ist und dafs es auf diesen vorläufig ankommt; der Natrongehalt z. B. muß, wie ich anführte, höher als

1,6 pC. seyn, dagegen der Kalkerdegehalt in dem Mafse kleiner, dafs die Summe des Sauerstoffs in Natron und Talkerde doch die nämliche bleibt. Ein solches Verfahren ändert natürlich nichts in den analytischen Zahlen, sondern nur in der Gruppierung. Schliesslich will ich bemerken, dafs die Talkerde nicht fähig ist, eine dem basischen Schwefelcalcium analoge Verbindung zu bilden; wird schwefelsaure Talkerde in feuchtem Wasserstoffgase geglüht, so entweichen Schwefel und Spuren von Schwefelwasserstoffgas und es bleibt reine Talkerde zurück.

Ueber einen einfachen Aspirator;

von *M. W. Johnson* *).

Die in Laboratorien gewöhnlich zur Erzeugung eines dauernden Luftstroms angewandte Methode besteht darin, dafs man aus einem grossen, mit Wasser gefüllten Gefäfs das Wasser auslaufen läfst, welches dann durch ein gleiches Volum Luft ersetzt wird. Apparate dieser Art sind wegen ihres grossen Umfangs und der Nothwendigkeit, fortwährend Wasser nachzufüllen, welche öftere Aufmerksamkeit erfordert, mit einiger Unbequemlichkeit verbunden.

Die Beschäftigung mit Versuchen, wobei ein constanter Strom atmosphärischer Luft erforderlich war (im Herbst 1848), führte mich auf eine einfache Einrichtung, vermittlest deren die genannten Uebel vermieden werden können. Diese Einrichtung beruht auf der durch die Einwirkung des Luftdrucks zu Stande kommenden Saugkraft, welche ein, unter einem gewissen Druck

*) London Chem. Soc. Quarterly Journ. IV, 186.