XXIV.

Bestimmung des Wassergehaltes krystallisirter
Kieselfluorverbindungen.

Von

Franz Stolba in Prag.

Bei der Analyse gewässerter Kieselfluorverbindungen machte ich wiederholt von der folgenden Methode der Wasserbestimmung Gebrauch.

Eine entsprechende Menge gebrannter Magnesia wird in einem bedeckten Platintiegel bei der höchsten Hitze des Bunsen'schen Brenners geglüht, und der Tiegel nach dem Erkalten genau gewogen. Man lässt nun vorsichtig, um jedes Stäuben zu verhüten, *an der Wund des Tiegels* so viel warmes Wasser zu der Magnesia fließen, dass ein dicker Brei entsteht. Hierauf fügt man die genau gewogene Kieselfluorverbindung zu, und rührt mittelst eines starken Platindrahtes so lange um, bis eine gleichförmige Masse entstanden ist. Es ist darauf zu sehen, dass die Kieselfluorverbindung gelöst werde, wesshalb man erforderlichen Falles noch etwas Wasser zufügt. Die am Platindrahte haftenden Theilchen der Masse werden an den Wandungen des Tiegels sorgfältig abgestrichen und der Inhalt des bedeckten Platintiegels vorsichtig getrocknet.

Diess geschieht der Art am zweckmässigsten, dass man den vorgehenden Theil des Tiegeldeckels mittelst eines in gleicher Höhe stehenden Flämmchens erhitzt. Hierbei findet die Erwärmung von oben statt und der Tiegelinhalt trocknet von oben nach unten fortschreitend allmählich aus, ohne dass man den geringsten Verlust erleidet.

Der trockene Tiegelinhalt wird einer allmählich gesteigerten Hitze ausgesetzt, welche zuletzt so hoch wird, als es die Flamme zulässt, wobei die Anwendung eines thönernen oder eisernen Kannins die besten Dienste leistet.

Wägt man den erkalteten Tiegel, so bieten die vorliegenden Daten das Mittel zur Berechnung des Wassergehaltes.

Das Mehrgewicht des Tiegels, welches sich ergibt, wenn man den Betrag des bloß Magnesia haltenden Tiegels, von dem auch mit dem Kieselfluormetall beschickten geglühten abzieht, entspricht dem Gewicht des wasserfreien Kieselfluormetall, und da man das Gewicht des analysirten wasserhaltenden Kieselfluormetall kennt, ist der Wassergehalt der Verbindung bestimmt.

So wog z. B. ein mit Magnesia beschickter Platintiegel 20,7315 Grm. und es wurden 0,247 Grm. krystallisirtes Kieselfluorkupfer in der beschriebenen Art der Analyse unterzogen. Der geglühte Tiegel sammt Inhalt wog hierauf 20,8895 Grm., das Mehrgewicht betrug demnach 0,158 Grm. als das Gewicht des wasserfreien Kieselfluorkupfers. Demnach entfallen 0,089 Grm. auf den Wassergehalt, was in Procenten 36,00 p.C. ausmacht.

Dieser Wassergehalt stimmt mit dem durch Analyse ermittelten Kupfer- und Kieselfluor-Gehalt vollkommen überein. Drei andere Versuche ergaben den Wassergehalt zu :

35,85 p.C.

35,87 p.C.

35,91 p.C.

Bezüglich des Kieselfluorkupfers, auf welches ich in einer eigenen Abhandlung demnächst zurückkommen werde, muss noch bemerkt werden, dass ich *entgegen* den vorliegenden Angaben nur Krystalle erhalten konnte, deren Wassergehalt der Formel $\text{CuFl}_2\text{SiFl}_2 + 6\frac{1}{2}\text{HO}$ genau entsprach.

Was das Verhältniss zwischen Magnesia und Kieselfluormetall anbelangt, so muss wenigstens doppelt so viel Magnesia genommen werden, als zur Zersetzung der Verbindung erforderlich ist. Wie schon der Augenschein lehrt, wird nämlich das Kieselfluormetall durch die Magnesia zersetzt, es entsteht Fluormagnesia, Kieselerde, und das entsprechende Metalloxydhydrat im Gemenge mit überschüssiger Magnesia, und nur wenn letztere im Ueberschusse vorhanden ist, fällt die Bestimmung genau aus. In dem speciell erwähnten Falle z. B. geben $\text{CuFl}_2\text{SiFl}_2 + x\text{Aq.} + (3 + n)\text{MgO} = 3\text{MgFl} + \text{CuO,HO} + \text{SiO}_2 + n\text{MgO}$. Beim Glühen bleibt ein Gemenge von Fluormagnesia, Kupferoxyd, Magnesia und Kieselerde

zurück, welche letztere Stoffe vielleicht zum Theil Verbindungen eingehen.

Zufolge des stattfindenden chemischen Processes, wobei nur ein Austausch der Bestandtheile stattfindet, entspricht das Mehrgewicht des mit Magnesia beschickten Tiegels genau dem Gewichte des wasserfreien Kieselfluormetalls.

Nur in dem Falle, wenn das Kieselfluormetall bei der Zersetzung mit Magnesia und dem nachherigen Glühen eine andere Oxydationsstufe liefert oder liefern könnte als der Kieselfluorverbindung entspricht, z. B. Kieselfluoreisen, muss in dem geglühten gewogenen Tiegelinhalt das Oxyd in geeigneter Weise ermittelt und in Rechnung gezogen werden, so z. B. beim Kieselfluoreisen, indem man den Oxydulgehalt oder Oxydgehalt des mit Schwefelsäure behandelten Glührückstandes besonders ermittelt und in Rechnung zieht.

Die Bestimmungen mittelst Magnesia fallen nach meinen Erfahrungen äusserst befriedigend aus, und lassen in dieser Beziehung das gewöhnlich angewendete Bleioxyd weit hinter sich zurück.

In der That dürfte sich kaum ein anderer Stoff zu diesem Zwecke besser eignen, als die Magnesia, sie besitzt selbst vor dem in gleicher Art anwendbaren Aetzkalke manche Vorzüge. Wegen der Lockerheit der gewöhnlichen Magnesia muss man für die Analyse grösserer Mengen von Kieselfluormetall geräumige Tiegel anwenden.

Es ist selbstverständlich, dass man in gleicher Art auch Löslichkeitsbestimmungen etc. an wässrigen und geistigen Lösungen der Kieselfluormetalle ausführen kann, was ich ebenfalls wiederholt und mit dem besten Erfolge durchführte.

Prag, den 26. Mai 1867.