442 Marchand, Einwirkung des Phosphors

gelöst und durch chromsaures Kali gefällt. Der geglühte Niederschlag betrug 4,324 Grm., in welchem, wenn man ihn als chromsauren Baryt betrachtet, 2,4719 Grm. Baryt enthalten wären, also ebenfalls eine zu grosse Quantität, so dass noch Strontianerde mit niedergeschlagen war. Erst ein dritter Versuch gelang vollkommen: 1,243 Grm. kohlensaurer Baryt und 0,962 Grm. kohlensaure Strontianerde wurden wie oben behandelt, in drei Litres Wasser gelöst und durch einen Ueberschuss an chromsaurem Kali gefällt. Die Menge des niedergeschlagenen chromsauren Salzes betrug 1,616 Grm. = 0,9611 Grm. Baryt, während 1,243 Grm. des kohlensauren Salzes 0,9644 Grm. Baryterde enthalten. Aus der abfiltrirten stark eingeeengten Flüssigkeit fällte oxalsaures Ammoniak oxalsaure Strontianerde, welche nach dem Glühen 0,96 Grm. kohlensaure Strontianerde gaben, welche, in Salpetersäure gelöst, durch hinzugesetzte Kieselfluorwasserstoffsäure nicht getrübt wurden.

Wenn nun dieser Versuch die Richtigkeit der Smith'schen Methode vollkommen erweist, so ist dieselbe doch mindestens durch die erstaunlich grosse Menge von Flüssigkeit, welche durch Waschwässer noch vermehrt wird, sehr beschwerlich.

Die beste Trennungsmethode bleibt daher noch immer die, welche Berzelius zuerst angegeben hat, nämlich mittelst der Kieselfluorwasserstoffsäure.

LXXII.

Einwirkung des Phosphors auf das salpetersaure Ammoniak.

Von

R. F. MARCHAND.

Schmilzt man in einer tubulirten Retorte salpetersaures Ammoniak und trägt kleine trockne Phosphorstückchen in dasselbe nach und nach ein, jedoch mit der Vorsicht, dass der Phosphor nie im Ueberschuss zugegen ist, so verbrennt dieser jedesmal mit ungemeinem Glanze und oxydirt sich zu Phosphorsäure, welche ein Gemisch von Phosphorsäure und Paraphosphorsäure ist. Durch Auflösen, Filtriren, Abdampfen und

Glühen im Platintiegel kann sie von Ammoniak und den vom Glase aufgenommenen fremden Bestandtheilen gereinigt werden. Von phosphoriger Säure ist sie unbedeutend verunreinigt. Ausserdem findet sich in der Vorlage, in welcher man Wasser vorschlagen kann, noch etwas Phosphorsäure mit phosphoriger Säure gemengt. Ebenso erhält man Phosphorsäure bei Verbrennung des Phosphors im Stickoxyd- und Stickoxydulgas.

Wendet man indessen den Phosphor im Ueberschuss an, so erhält man durch Einwirkung des salpetersauren Ammoniaks auf denselben Phosphoroxyd. Ich bediene mich dazu folgenden Verfahrens: In eine Kugel von ziemlich starkem Glase und ungefähr einem halben Litre Inhalt, an welche eine lange starke Röhre angeblasen ist, bringe ich ungefähr 4 bis 5 Grm. trocknen Phosphor. Dieser wird über der Spirituslampe bis zum Schmelzen erhitzt und durch Umherschwenken über die ganze innere Fläche der Glaskugel soviel als möglich gleichmässig vertheilt. Durch eine leichte Flamme wird der im Gefäss enthaltene Sauerstoff verzehrt und dieses mit Dämpfen von Phosphor und Phosphorsäure angefüllt. Man wirft nun eine sehr geringe Quantität von salpetersaurem Ammoniak hinein und erhitzt die Stelle, wo dasselbe liegt, sehr gelinde. So wie es sich zersetzt, schlägt eine rothe Flamme aus der Glasröhre heraus und die ganze innere Seite der Kugel ist mit einem dünnen Ueberzug von rothbraunem Phosphoroxyd ausgekleidet. Bemerkt man an einigen Stellen noch unoxydirten Phosphor, so kann man die Procedur wiederholen. Hat man die Kugel nun von einiger Stärke gewählt, so hat man niemals eine gefährvolle Explosion zu befürchten, welche freilich, des umhergeschleuderten Phosphors wegen, von unangenehmen Folgen sein könnte.

Ist die Kugel erkaltet, so spült man sie mit kaltem Wasser aus, indem man durch einige hineingeworfene Glasstückchen das Oxyd von der Kugel abtrennt. Durch Decantation, öfteres Auswaschen und endlich Erhitzen in einer sauerstofffreien Gasart, bis aller überschüssige Phosphor abdestillirt ist, erhält man das Oxyd rein. Es hat die Eigenschaften, welche Pelouze diesem Körper zuschreibt.