ANNALEN DER PHARMACIE.

XIII. Bandes drittes Heft.

Erste Abtheilung.

Chemie und pharmaceutische Chemie insbesondere.

Weitere Erfahrungen

über das Vorkommen des Arseniks in mehreren pharmaceutisch-chemischen Präparaten, und über die leichteste Methode zur Darstellung der reinen Salzsäure, nebst Beschreibung eines in pharmaceutischen Laboratorien brauchbaren beweglichen Ofens;

VON

Dr. H. Wackenroder, Professor zu Jena.

Auf die jetzt häufige nachtheilige Verunreinigung der sogenannten englischen Schwefelsäure mit Arsenik in Form der arsenigen Säure, habe ich vor kurzem in Buchner's Repertorium (vergl. auch diese Annalen Bd. XII. H. 2. S. 189) und im pharmaceut. Centralblatte wiederholt aufmerksam gemacht, und zugleich einige Verunreinigungen anderer Präparate, als Folge der Benutzung solcher Säure bei deren Darstellung, angezeigt. Insbesondere sind u. a. O. namhaft gemacht worden Acid. sulphuricum rectificatum, Acid. muriatic. purum, Acid. phosphoricum ex ossibus crudum und depuratum, Natrum phosphoricum, Phosphorus und Acid. phosphoricum purum. Diesem Verzeichnisse kann ich jetzt noch beifügen Oleum

Vitrioli fumans, Lac Sulphuris und Acidum sulphurosum. *) Auch haben sich mir aufs Neue ein Acid. sulphuricum rectificatum, aus dem südlichen Deutschland, und ein sehr schöner Phosphor, aus einer angesehenen chemischen Fabrik im nördlichen Deutschland, arsenikhaltig erwiesen.

Die erwähnte *rauchende* Schwefelsäure enthielt ziemlich viel Arsenik, aber kein Selen, und ist wahrscheinlich dadurch verunreinigt worden, daß bei der Destillation derselben arsenikhaltige englische Schwefelsäure vorgeschlagen wurde. — Die Schwefelmilch, welche schon vor längerer Zeit in einer Apotheke vorgekommen ist, enthielt neben Eisen, Blei, Kupfer und Kieselerde auch so viel Arsenik, daß dasselbe schon aus ungefähr 1 Scrupel des Lac Sulphuris mittelst ätzenden Ammoniacs ausgezogen und nach Verdampfen der Flüssigkeit aus dem Rückstande mit kohlensaurem Natron unter Wasserstoffgas deutlich auf die Weise reducirt werden konnte, die ich in Brandes Archiv Bd. 33. H. 2. genauer angegeben habe. **) Diese Schwefelmilch war ohne Zweifel aus einer nicht abgeklärten Auflösung der Schwefelblüthe mit ungereinigter englischer Schwefelsäure gefällt worden. ***) — Daß das Arsenik auch in die schweflige Säure bei der Darstellung derselben mittelst Kupfers oder Quecksilbers übergehe, war im Voraus wenig wahrscheinlich, da keine Verbindung zwischen arseniger und schwefliger Säure bekannt ist. Die Ursache der Verflüchtigung der arsenigen Säure muß

*) Eine, wahrscheinlich durch arsenikhaltige Schwefelsäure veranlaßte, Verunreinigung der Essigsäure mit Arsenik erwähnt vor Kurzem Herberger in Buchner's Repertorium Bd. 49. S. 241.

**) Dieselben Verunreinigungen eines Lac Sulphuris fand auch ganz kürzlich Schindler; pharmaceut. Centralblatt Nr. 4. 1835.

**) Einige Male ist mir auch ein Lac sulphuris vorgekommen, in welchem sich wenigstens 25 Proc. Gyps befanden.

daher in der zur Entwicklung der schwefligen Säure nöthigen Temperaturerhöhung gesucht werden.

Die Verflüchtigung des Arseniks bei der Darstellung der Salzsäure erklärt sich dagegen leicht aus der Flüchtigkeit des Chlorarseniks, welche auch, wie ich in Buchner's Repert. a. z. O. angemerkt habe, für die Reinheit der Salzsäure noch nachtheilig ist, wenn die Säure im Wouffeschen Apparate, und zwar so bereitet wird, daß die erste Gasleitungsröhre offen und unabgesperrt blicet. Um nun die Mittel ausfindig zu machen, durch welche eine Verunreinigung der Schwefelsäure mit Arsenik für die Darstellung der reinen Salzsäure vielleicht unschädlich gemacht werden könnte, haben wir in unserem Laboratorio mehrere Versuche angestellt. Zunächst wurde der Wouffesche Apparat angewendet, und auch die erste Communicationsröhre mit Wasser abgesperrt. Die Entwicklung der Chlorwasserstoffsäure geschah in einem langhalsigen Kolben aus 1 M. G. Rochsalz mit $1\frac{1}{2}$ M. G. arsenikhaltiger englischer Schwefelsäure, die vorher mit 4 M. G. Wasser verdünnt worden. Während der Destillation erhitze sich, wie gewöhnlich, die erste Flasche vermöge der heißen Wasserdämpfe stark; die zweite, zur Gewinnung einer ganz reinen Salzsäure bestimmte Flasche wurde dagegen kühl erhalten. Nachdem etwa die Hälfte der Salzsäure überdestillirt war, wurde die Destillation unterbrochen, und nun zeigte sich die Salzsäure in der ersten Flasche stark rauchend, schwach bräunlich gefärbt und von einer sehr großen Menge Arseniks (als arseniger Säure oder Anderthalb-Chlorarseniks) verunreinigt; die Säure in der zweiten Flasche, entstanden durch bloße Absorbition des Gases von Wasser, enthielt aber ebenfalls noch viel Arsenik. Es ergab sich also hieraus die Unmöglichkeit, das Chlorwasserstoffgas von seinem Arsenikgehalte durch das Hindurchströmenlassen durch die gleichzeitig übergelende wässerige Salzsäure ganz zu befreien. Da

aber vielleicht alles Chlorarsenik schon zu Anfang der Destillation übergegangen seyn konnte, so wurde der Rest der Salzsäure noch abdestillirt, nachdem mit dem Kolben drei neue Flaschen in Verbindung gesetzt, von denen nur die letzten beiden Flaschen mit Wasser zur Hälfte gefüllt worden, die erste Flasche aber leer gelassen war, da sie mir als Vorlage diente. Die Prüfung der Säure aus allen drei Flaschen nach beendigter Destillation zeigte, daß die in wässriger Form überdestillirte stark rauchende Salzsäure aus der ersten Flasche noch ziemlich viel, und die nicht rauchende Säure aus der zweiten Flasche gleichfalls ziemlich viel Arsenik aufgelöst enthielt, während das Wasser in der dritten Flasche kaum eine saure Reaction angenommen, und sich mithin auch frei von Arsenik gehalten hatte. Wenn also das Ergebniß dieses Versuchs zeigt, daß auch bis zu Ende der Destillation Arsenik mit übergeht: so kann auch eine periodische Destillation nicht schützen gegen die Beimischung des Arsens, und das einzige Mittel zur Erzielung einer reinen Salzsäure bleibt die Benutzung einer *arsenikfreien* Schwefelsäure. Da es nun zu wissen wünschenswerth erschien, ob die Schwefelsäure nicht zweckmäßig vor ihrer Anwendung gereinigt werden könnte, so wurden folgende Versuche angestellt. Ein Gemisch aus 49 Theilen (1 M. G.) englischer Schwefelsäure mit 18 Theilen (2 M. G.) Wasser wurde mehrere Tage lang mit Schwefelwasserstoffgas behandelt, indem dieses Gas nur langsam auf das Arsenik einwirken konnte. Allmählig schlug sich sehr schleimiges Schwefelarsenik zu Boden, und als auch nach Verdünnung einer Probe durch Schwefelwasserstoff nichts mehr gefällt werden konnte, wurde die Filtration durch Sand in einem, unten mit Stückchen Holzkohle lose verstopften, Trichter vorgenommen. Eine schnellere Fällung des Arsens und eine leichtere Filtration würde durch eine stärkere Verdünnung der Säure bewirkt worden seyn; diese wurde aber

absichtlich vermieden, um das dann nothwendig gewordene Verdampfen der Säure zu umgehen, das, wenigstens bei Darstellung größerer Mengen von Salzsäure, lästig werden könnte. Die filtrirte Säure wurde in einer Porcellanschale ein wenig erwärmt zur Entfernung des zurückgehaltenen Schwefelwasserstoffgases, und dann erst zur Entwicklung der Salzsäure in dem weiter unten angegebenen Apparate verwendet. Sowohl die mit Wasser überdestillirte Salzsäure in der Vorlage, als auch die durch Absorbition des Chlorwasserstoffgases vom Wasser entstandene in der Flasche zeigten sich bei der Prüfung *völlig rein* von Arsenik. Eine Spur von Schwefelwasserstoff in beiden Arten der Salzsäure deutete aber auf eine noch sorgfältigere Entfernung des Schwefelwasserstoffs und ausgeschiedenen Schwefels aus der Schwefelsäure hin, als sie von uns durch ein etwa halbstündiges Erhitzen der Säure in einer Porcellanschale bewirkt worden war.

Die bei dieser Gelegenheit öfters wiederholten Darstellungen der Salzsäure aus verschiedenen Destillationsapparaten führten außerdem zu der Ueberzeugung, daß der immer etwas beschwerliche und in geschäftreichen Laboratorien der Gefahr des Zerbrechens exponirte Woulfesche Apparat nur dann vortheilhaft sey zur Darstellung der Salzsäure, wenn dieselbe mit *concentrirter* Schwefelsäure entwickelt wird. Sobald aber die Salzsäure mit verdünnter Schwefelsäure dargestellt werden soll, was auch in manchem Betracht vorzuziehen ist, gestattet die Retorte das Ueberdestilliren der wässerigen Salzsäure viel eher, als die erste Gasleitungsröhre des Woulfeschen Apparates, ohne daß dabei die Producte der Destillation *weniger* rein ausfielen. Die in liquider Form übergehende Salzsäure ist bei Anwendung beiderlei Apparate stark rauchend und außer mit einer geringen Menge von Schwefelsäure sonst nicht verunreinigt, während die durch Absorbition des Gases gewonnene gleiche Reinheit besitzt. Die erstere Säure kann

daher zu manchen Zwecken, z. B. zur Darstellung des Chlorbaryums, benutzt, oder auch bei einer folgenden Destillation wieder mit überdestillirt werden.

Obgleich nun das Verfahren zur Darstellung der reinen Salzsäure vielfältig besprochen und auch bekannt genug ist, so dürfte doch eine kurze Mittheilung unserer Verfahrungsweise, da sie sich durch ihre Einfachheit empfiehlt, nicht ganz ohne Nutzen seyn, besonders weil die Methode auch geeignet ist, nur kleinere Quantitäten dieser Säure zu bereiten. In eine gewöhnliche Retorte von guter Beschaffenheit werden 590 Theile (1 M. G.) Kochsalz geschüttet mit Beachtung der Reinerhaltung des Retortenhalses. Auf dasselbe wird durch eine weite Glasröhre, die unten ein wenig gebogen seyn, und auf welche ein kleiner Glasrichter gestellt werden kann, ein erhaltetes Gemisch von 735 Th. ($1\frac{1}{2}$ M. G.) englischer Schwefelsäure und 270 Th. (3 M. G.) Wasser gegossen, so daß die Säure den Retortenhals nicht beschmutzt. Anstatt der englischen können auch 675 Th. nordhäuser Schwefelsäure und 330 Th. Wasser angewendet werden. Die eine, wie die andere Säure muß zuvor, nach Verdünnung mit etwa 10 Theilen Wassers, mit Schwefelwasserstoffgas auf einen Arsenikgehalt geprüft worden seyn. Auch das Kochsalz darf natürlich weder Brom- und Iodmetalle, noch organische oder andere nachtheilige Beimengungen, wie Manganhyperoxyd, welches Chlor entwickeln würde, enthalten; geringe Beimengungen von Eisen sind unschädlich. — Die Retorte (vergl. die beigelegte Zeichnung Fig. 1) wird in einer Capelle mit *getrocknetem* und noch lauwarmen Sande bis zum Stande ihres Inhaltes angesetzt, und zwar in nur wenig geneigter Lage, damit das Ueberspritzen des kochenden Inhaltes ganz vermieden werde. Mit derselben wird nun verbunden eine ungefähr halb so große tubulirte Vorlage, welche theils zum Auffangen der übergehenden liquiden Salzsäure, theils zur Sicherung der

Operation dient. Sie wird während der Destillation nicht abgekühlt, damit so viel salzsaures Gas als möglich durch die in den Tubulus eingesetzte Gasleitungsröhre entweichen könne. Neben der Gasleitungsröhre, wenn nicht die Vorlage mit zwei Tubulus versehen ist, wird ein ziemlich enges, etwa 3 Fuß langes Sicherheitsrohr eingefügt und mit sehr wenig Wasser abgesperret. Um dieses Rohr in eine passende Lage bringen zu können, muß man dasselbe mit zwei knieförmigen Biegungen in entgegengesetzter Richtung versehen. (S. die Zeichnung.) Die Verkittung geschieht am schnellsten und sichersten mit einem steifen Fettkitt aus Bolus und Leinölmixtur, welcher dick aufgestrichen, dann mit Streifen von Leinwand, die mit Eiweiß befeuchtet und mit zerfallenem gebranntem Kalk bestäubt worden, belegt, und zuletzt noch durch regelmäßiges Umwinden von feinem Bindfaden um die Streifen vollkommen befestigt wird. Damit das salzsaure Gas mit dem Oele des Kittes so wenig als möglich in unmittelbare Berührung komme, und dadurch eine Färbung der Säure veranlaßt werde, legt man vor der Verkittung auf die größeren Fugen einen zusammengedrückten Papierstreifen, und befestigt die beiden Röhren in dem Tubulus mit Stückchen von Korkholz. Die Gasleitungsröhre geht durch einen nicht ganz dicht schließenden Kork in die Flasche, worin sich das Wasser zur Absorption des salzsauren Gases befindet, und welches, gemäß der verlangten Concentration der Säure, 400 bis 600 Theile betragen kann, die Flasche aber nur bis zu $\frac{2}{3}$ anfüllt. Die leichte Absorption des Chlorwasserstoffs durch Wasser gestattet, und die gleichzeitige Zunahme der Flüssigkeit an specifischem Gewicht verlangt, daß die Röhre etwa nur einen bis anderthalb Zoll in das Wasser eintauche. Ein starker Druck im Innern des Apparates würde die Gaszuströmung in die Flasche erschweren, weshalb auch der äußere, rechtwinkelige Schenkel des Rohrs nur um 1 bis 2 Zoll tiefer

stehen muß, als das Sicherheitsrohr in der Vorlage. Zur Ableitung der vielen freiwerdenden Wärme wird die Flasche in kaltes Wasser, oder auch Schnee oder Eis gestellt. Bei solcher Construction des Apparates (vergl. die Zeichnung) entweicht kein salzsaures Gas in die Luft, so lange das vorgeschlagene Wasser nicht stark gesättigt worden; es kann ferner kein Zurücktreten der Flüssigkeit aus der Flasche in die Vorlage stattfinden bei und gleich nach der Destillation, was ohne die Sicherheitsröhre immer erfolgt; und endlich kann bei etwa zu starker Erhitzung zu Anfang der Destillation nicht leicht ein Unfall eintreten. Die Retorte kann ziemlich angefüllt seyn, wenn nur anfangs *sehr gelindes* Feuer gegeben und dieses erst dann verstärkt wird, wenn die Gasentwicklung nachläßt. Der Inhalt der Retorte wird *völlig flüssig*, und kann leicht in beständigem, mäßigem Kochen erhalten werden. Wird derselbe wieder fest und kocht er mit Aufwerfen *zäher* Blasen, so ist die Operation als beendigt anzusehen. Nach Verlauf einiger Stunden, ehe noch der Retorteninhalt ganz erkaltet ist, wird in die herausgehobene Retorte heißes Wasser gegeben, und so das saure schwefelsaure Natron viel leichter, als durch bloßes kaltes Wasser aufgelöst.

Diese Destillation geht, wie alle ähnlichen, leicht und schnell von Statten, wenn die Retorte nur mit einer dünnen, oben etwa $\frac{1}{2}$ Zoll dicken Lage von Sand umgeben, und die Capelle nur aus starkem Eisenblech verfertigt ist. Eine solche Capelle eignet sich auch sehr gut zu Sublimationen, z. B. von Mercurius dulcis, und die Ersparniß an Zeit und Holzkohlen ersetzt vollkommen die von Zeit zu Zeit nöthige Erneuerung der Capelle, oder hauptsächlich nur des angenieteten Bodens derselben. Solche bewegliche Capellen und die dazu passenden beweglichen Oefen sind in pharmaceutischen Laboratorien noch nicht so gewöhnlich, als sie es verdienen. Darum ist

die folgende Beschreibung eines sehr bequemen Ofens vielleicht denjenigen Pharmaceuten nicht unwillkommen, die ihre Laboratorien nur mit zweckmäßigen und brauchbaren Geräthschaften ohne überflüssigen Aufwand versehen wollen, und denen zunächst nur die Beihülfe gewöhnlicher Handwerker zu Gebote steht. Unser einfach construirte Ofen kann von jedem Schlosser oder Kleinschmied gefertigt werden. Derselbe (vergl. die Zeichnung Fig. 1) ist von gewöhnlichem, aber gutem Eisenblech, cylindrisch rund, 21 Zoll rheinländ. Maasses hoch, und misst $11\frac{1}{2}$ Zoll im Durchmesser. Der Rost liegt 9 Zoll tief, und bis an denselben ist die innere Seite mit einer $1\frac{1}{4}$ Zoll dicken Lage von Lehm ausgekleidet. Zur Befestigung dieses Beschlages dienen theils kleine, hier und da angenietete und abgebogene Blechstücke, theils ein eiserner Ring am äußersten Rande des Ofens. Die Roststäbe liegen angemessen weit von einander, ungefähr $\frac{1}{4}$ bis $\frac{1}{2}$ Zoll. Unterhalb des Rostes befindet sich kein Beschlag, weil hier das Blech beim Gebrauch des Ofens wenig heiß wird. Der Boden des Ofens liegt etwa einen Zoll hoch vom untern Rande entfernt, um den Ofen besser feststellen zu können auf den nicht immer ebenen Herden. Uebrigens können auch, wie es bei andern ähnlichen Oefen unseres Laboratoriums der Fall ist, an der Aussenseite des Ofens drei Hülsen angenietet werden, in welche man drei nach aussen gebogene Eisenstangen als Füße stecken kann. Die Feuer- und Aschen-Thür sind jede 3 Zoll hoch und $5\frac{1}{2}$ Zoll weit, angemessen einer kleinen Fenerschaufel. Vor der Feuerthür kann ein halbmondförmiges Stück Eisenblech festgenietet werden; dieser Balcon verhindert das Herabfallen der glühenden Kohlen beim Oeffnen der Thür. Auch sind zwei paßlich angebrachte Handhaben nothwendig. Wird der Ofen von Zeit zu Zeit mit Graphit angeschwärzt, so leidet das Eisenblech von sauren Dämpfen nicht leicht. Dafs nur gut ausgebrannte Holzkohlen

das schickliche Brennmaterial für diesen Ofen sind, bederf kaum der Erwähnung.

Der Gebrauch dieses Ofens leuchtet freilich von selbst ein; indessen müssen doch noch einige Apparate hinzukommen, um denselben mit Sicherheit und Vortheil zu den meisten pharmaceutischen Arbeiten benutzen zu können. Soll der Ofen zur Erhitzung von Glasgeräthschaften über freiem Feuer dienen, so stellt man sie auf einen Ring von geschmiedetem Eisen, welcher $\frac{1}{2}$ Zoll breit und $\frac{1}{8}$ bis $\frac{1}{6}$ Zoll dick ist, und mit drei Armen von 4 Zoll Länge auf dem Ofen liegt (Fig. 2). Die Arme werden zweckmässig mit eben so langen knieförmigen Ansätzen versehen, in deren gabelförmigen Ausschnitt zuweilen Spatel und dgl. gelegt werden können. Glaskolben erhitzt man so, daß zwischen dem Ringo und dem Ofen ein größerer oder kleinerer Zwischenraum bleibt, da das Glas wegen seiner gleichmässigen Dicke auch die Erhitzung von der Seite verträgt, und die Dämpfe eine ziemlich gleichmässige Temperatur des Glases erhalten. Beim Aufsetzen des Kolbens darf der Ring nicht schon zuvor erhitzt, und das Glas muß aussen vollkommen trocken seyn. Beschlägt beim Aufsetzen dasselbe von aussen, so muß es wieder abgetrocknet werden, bis es trocken bleibt. Das Feuer darf natürlich anfangs nur mässig seyn. Das Nachlegen der Holzkohlen geschieht mit Beachtung des Umstandes, daß die Kohlen bei ihrem Anbrennen Wasserdämpfe entwickeln, die aber, aus einer großen Menge von todtten Kohlen auf einmal entwickelt, ein Zerspringen der Glasgefäße veranlassen können. Glühende oder doch schon etwas erhitzte Kohlen sind daher auch am vorzüglichsten zur Unterhaltung des Feuers. Sollen Porcellangefäße auf dem Ofen erhitzt werden, so sind nicht allein dieselben Rücksichten zu nehmen, sondern es muß auch ein starkes Erhitzen der Seitenwände der Porcellanschalen, so weit sie nicht von den Flüssigkeiten benetzt sind,

vermieden werden, weshalb auch, besonders zu Anfang, fortwährend umgerührt werden muß, bis zur gleichförmigen Erwärmung der Flüssigkeit und der Schale. Es würde aber dennoch die ungleiche Erhitzung der Porcellanschalen nicht zu vermeiden seyn, wenn der Raum zwischen dem Ofen und dem eisernen Ringe frei bliebe; daher wird ein zweiter grösserer und breiterer Ring unter den ersteren gelegt, und so gewissermaßen der grössere Ofen in einen kleineren verwandelt, oder es wird nach der Grösse der Schalen nur allein der grössere Ring aufgelegt. Für kleinere Schalen kann noch ein dritter kleinerer Ring, der in den mittlern paßt, vorhanden seyn. Zweckmäßiger ist es jedoch für kleinere Gefässe auch einen oder mehrere kleinere Oefen zu haben, in denen der Feuerbeerd auch verhältnissmässig höher liegt, wodurch Brennmaterial erspart wird. Wenn die Ringe dicht auf einander lägen, so würde nach dem Aufsetzen der Porcellanschalen der Luftzug durch den Ofen ganz aufhören; nun aber gestatten die 1 bis 2 Linien dicken Arme der Ringe, die nach unten an die Ringe angenietet sind, ein mehr als ausreichendes Durchströmen der Luft, ohne daß die durchströmende heisse Luft die Seitenwände der Schale trifft, und beim Rühren in derselben belästiget. Will man einen Metallkessel oder eine Eisenplatte erhitzen, so läßt man den grössten Ring auf dem Ofen liegen, wodurch ebenfalls der gehörige Luftzug gestattet wird. Ein gutes Sandbad wird sogleich hergestellt, wenn auf den Ring eine blecherne Sandcapelle gestellt wird, die den Umfang des Ofens und einen Rand von 1 bis 2 Zoll Höhe hat. Bei Destillationen aus dem Sandbade hängt man nach Wegnahme des Ringes eine Sandcapelle von starkem Eisenblech in den Ofen, die, für den oben näher beschriebenen Ofen, am besten 5½ Zoll Tiefe und 8 Zoll rheinländ. im Durchmesser hat. Sie hängt in dem Ofen mittelst ihres platten Randes von 1¼ Zoll Breite. Damit dieser Rand

nicht dicht anschliesse und die Capelle stets in hinreichender Entfernung von den Wänden des Ofens bleibe, werden 6 kleine, 2 Linien dicke, und 1 bis 2 Zoll lange, knieförmige eiserne Stäbchen an der untern Seite des Randes und an der Aussenseite der Capelle angenietet. Auch zum Glühen eignet sich ein solcher Ofen ganz vorzüglich. Die Tiegel werden auf cylindrische Untersätze (oder Käse) gestellt, die man aus gemeinem Thon mit Sand gemengt, von 2 Zoll im Durchmesser, und von 1 bis 2 Zoll Höhe anfertigen läßt. Auf solche Unterlage gestellt, kommen die Tiegel besser in die Mitte der Cluth, und werden von der Zugluft durch den Rost nicht abgekühlt. In unserem Ofen werden die Tiegel sehr leicht bis zur mässigen Rothglühhitze gebracht. Ist aber ein starkes Rothglühfeuer bis Weissglühfeuer erforderlich, so braucht man nur den Dom oder Thurm (Fig. 3) aufzusetzen. Dieser besteht theils aus einer blechernen Haube von der Form eines umgekehrten Trichters, theils aus einem angenieteten Zugrohre von Eisenblech. Die Haube ist unten mit einem $1\frac{1}{2}$ Zoll hohen Rande versehen, welcher über den Ofen *locker* übergreift, so daß der Dom mittelst der beiden Griffe leicht aufgesetzt und abgenommen werden kann auch während des Glühens. Die Seite der Haube, von dem Anfang der Zugröhre bis dahin, wo der Dom auf dem Ofen ruhet, mißt 8 Zoll; die Zugröhre ist 28 Zoll lang und $3\frac{1}{2}$ Zoll weit, und mit starker Vernietung auf der Haube befestigt. Um die Hitze nicht abzuleiten und das Blech gegen Oxydation zu schützen, wird die Haube im Innern mit einer 1 Zoll dicken Lehm Lage bekleidet, zu deren Befestigung am Ausgange der Haube umgebogene Blechhaken, und unten, wo die Haube auf dem Boden ruhet, ebenfalls solche Blechhaken oder auch ein eiserner Ring angenietet sind. Ausserdem befestigen den Beschlag mehrere hie und da angebrachte, sparrig abgebogene kleine Bleche, gerade so wie unter dem

Beschlage des Ofens. Eine in der Haube angebrachte Thür von 3 Zoll in Quadrat gestaltet, während des Glühens das Innere zu beobachten, Kohlen einzutragen u. s. w. Kleine Abänderungen an dem Ofen, dem Dome und der Capelle vervielfältigen die Benutzung desselben noch mehr. Gibt man dem Ofen Einschnitte mit Thüren, die, wenn sie nicht geöffnet werden, mit Lehm verstrichen sind, so kann ein Flintenlauf durch den Ofen gelegt, oder eine irdene oder andere Retorte dem stärksten Feuer ausgesetzt werden, u. s. w. Aehnliche Einschnitte können an dem Dome angebracht werden; jedoch ist es besser, einen besondern Dom dieser Art anzuwenden. Auch Capellen mit den bekannten Ausschnitten lassen sich in diesem Ofen bequem gebrauchen.

Ueber die Cobaltoxyde;

VON

C. Winkelblech,

Assistent an dem chemischen Laboratorium zu Marburg.

(Fortsetzung der S. 168 im vorigen Heft abgebrochenen Abhandlung.)

d) *Das Oxyd.* Um zu untersuchen in wie fern das Cobalthyperoxyd eine salzfähige Base sey, und ob vielleicht noch eine höhere Oxydationsstufe existire, als die von $1\frac{1}{2}$ Atom Sauerstoff, die ein wirkliches Hyperoxyd bilde, behandelte ich das Cobalt auf den verschiedenen Wegen, die einen Körper der Art liefern können, und untersuchte die Producte auf ihren Sauerstoffgehalt.

Schmilzt man salpetersaures Cobaltoxydul, so fangen sich bald an unter Entwicklung von Salpetergas schwarzgraue krystallinische Körper abzuscheiden, deren Anzahl sich vermehrt, bis sich das Ganze in eine feste stahlgraue Masse ver-