flasche durch eine kleine Saugpumpe vertreten war, die denselben Zweck erfüllte.

Dritte Abtheilung. Technologie.

Analyse eines alten Glockenguts;

von
Dr. du Ménil.

Vor mehreren Jahren bekam die eine Glocke des Stiftstheurs in Wunstorf, obgleich sie schon, wie man glaubt, seit Carl dem Grossen, dem Gründer des Stifts Wunstorf, gebraucht war, einen Sprung. Weil nun der schöne Klang, den sie gegeben hatte, annehmen liess, dass das Bestandtheilsverhältniss ihrer Masse vorzüglich seyn müsste, und dass diese Silber enthalten könnte, so wurde ich um die Analyse eines Stücks derselben ersucht.

Besagte Masse war grobkörnig auf dem Bruch, ziemlich hart und sehr spröde; die Farbe derselben hellkupferroth ins Graue. Ihr Eigengewicht betrug 8,800.

A n a l y s e.

Auf 100 Gran der verkleinerten Masse dieser Glocke, liess ich Salpetersäure von 1,2 Eig. Gew. in mässigen Portionen so lange wirken, bis das sich einstellende wenige Zinnoxid wieder verschwand, engte dann die Solution bis nahe vor der Trockne des gallertartigen Rückstandes ein, weichte letztern auf, erhitzte das Ganze, goss die klare Flüssigkeit von dem voluminösen Bodensatz (Zinnoxidhydrat) auf ein

Filter ab, kochte ihn verschiedene Male mit Wasser aus und wusch damit gehörig nach.

Um Wismuthoxyd in gedachtem Bodensatz aufzusuchen, trocknete ich selbigen und erhitzte ihn mit Salpetersäure. Diese bewies dadurch, dass sie sich nach der Verdünnung nicht trübte, die Abwesenheit des Wismuths in der Legirung, aber auch, dass sie, aller Vorsicht ungeachtet, bei der ersten Behandlung nicht alles Kupfer ausgezogen hatte, denn sie spielte ins Grüne. Ich goss sie der übrigen salpetersauren Flüssigkeit hinzu.

Das Zinnoxidhydrat wog geglähet 29,31 Gran = 23,04 Gr. Zinn.

Aus der vom Zinn befreieten und stark verdünnten Auflösung, in welcher durch Reagentien keine Spur von Blei und Silber zu entdecken war, schlug ich das Kupfer mittelst Hydrothionsäure nieder, wusch das Sulfurid mit, selbige enthaltendem, Wasser und zersetzte jenes mit Salpetersäure *), wie das daraus entstandene Nitrat wiederum mit, durch Weingeist gereinigtem Kaliumoxyd in der Hitze; den mehrmals heiss ausgewaschenen Niederschlag glühete ich über Weingeistfeuer und berechnete sein Gewicht auf Kupfer. Ein leichter Ueberblick lehrte mich, dass dieses um etwas zuviel seyn müsste, wesshalb ich noch Salztheile in gedachtem Niederschlag vermuthete. Ich verwandelte ihn daher in Nitrat, hierauf in Sulfat, und trennte aus der Solution des letztern in der Wärme mittelst einer polirten Eisenstange das Kupfer. Es wog nach Abzug des vom Eisen her-

*) Die Zersetzung des Kupfersulfurids geht bekanntlich schon mit Salpetersäure von 1,2 Eig. Gew. gut von Statten. Man giesst die jedesmalige Auflösung von dem ausgeschiedenen Schwefel ab, verbrennt diesen, wiederholt das Aufgiessen der Säure und so abwechselnd, bis im Tiegel nichts mehr übrig bleibt.

gegebenen $\frac{1}{2}$ Procet Kohle, (hier 0,3 Gr.) 74,89 Gr., 2 Gran weniger als die Berechnung aus dem Kupferoxyd gegeben hatte. —

Um gewiss zu seyn, ob der bekannte Unterschied wirklich von zurückgebliebenen Salztheilen verursacht war, denn es konnte, wegen des vielleicht nicht anhaltend genug fortgesetzten Erhitzens, auch vom Wasser in dem Oxyde herrühren, änderte ich das Protoxyd der Solution in Peroxyd um, fällte dieses mit Ammoniak im Ueberschuss und filtrirte. Die durchgelaufene Flüssigkeit war farblos und hinterliess nach dem Verdampfen zur Trockne zwar Salz, doch viel zu wenig, als dass ich selbigem mehr erwähnten Unterschied zuschreiben konnte. Die Ursache des erhaltenen Ueberschusses lag also darin, dass nicht alle Theile des Oxydniederschlags vollkommen glühend geworden waren, was bei grösseren Mengen der Präcipitate über der Weingeistflamme fast immer der Fall ist. Obige Erfahrungen zeigen übrigens von Neuem, dass man die Schwermetalloxyde kaum genug auswaschen kann.

Die Fällung des Kupfers mit Eisen (aus der schwefelsauren Auflösung, die sich fast immer schnell darstellen lässt) führt, was einige auch dagegen sagen wollen, sehr genau zum Ziele, nur muss man das sich am Ende der Ausscheidung zeigende Eisenprotoxydhydrat wieder mit einigen Tropfen Schwefelsäure fortnehmen. Auch die Bestimmung des Kupfers aus dem Sulfuride desselben ist gut, es giebt ein richtiges Resultat, wenn man es mit Hydrothionsäurewasser gehörig ausgewaschen und einige Male mit Weingeist nachgespült hat; indem es dann so schnell trocknet, dass es der Zersetzung entgeht, hat auch allen etwa beigemengten Schwefel verloren.

Da nach Zusammenzählung des Kupfer- und Zinngewichts $23,04 + 74,89 = 96,98$ Gr., aber noch 3 Gran an

der Summe fehlten, so mussten sie sich in der mit Kaliumoxyd im Uebermaass, zur Fällung des Kupferoxyds, behandelten Flüssigkeit a., oder in der ersten mit Hydrothionsäure beladenen b., finden lassen.

Die Flüssigkeit a. rauchte ich bis zur Trockne ab. Der aus Kaliumoxydnitrat mit geringem Ueberschuss an Kaliumoxyd bestehende Rückstand, hatte einen schwachen Stich in das Bläuliche, welcher nach dem Auflösen in Hydrothionsäurewasser bräunlich wurde. Ich erwärmte und filtrirte die Solution. An den Seiten des Papiers befand sich eine sehr geringe Menge eines braunen Ueberzugs; es wurde mit diesem vorerst bei Seite gelegt.

Die Flüssigkeit b. erschien, bis auf eine Unze abgeraucht, grünlich, enthielt also, obgleich sie früher, um ihre vorwaltende Säure zu schwächen, sehr verdünnt war und Hydrothionsäure im Uebermaass führte, dennoch Kupfer. Ich übersetzte sie mit Ammoniak, wodurch sie blau ward und ein schwach gelbliches Präcipitat gab, welches im Glühen eine braune Farbe annahm. Es wog 0,20 Gr. Ich zerrieb und erwärmte es mit etwas Hydrochlorsäure. Diese entfärbte es gänzlich, gab nämlich eine partielle Auflösung, die durch Kaliumeisencyanid dunkel gebläuet wurde. Das nicht Angefochtene wog 0,15 Gran; es verhielt sich vor dem Löthrohr wie Zinkoxyd, war also in dieser geringen Menge nicht allein durch die Masse der Salpetersäure, sondern auch von der Hydrothionsäure gehalten. Letzteres lässt sich schon deshalb annehmen, weil ja auch Rückhalte von Kupfer angetroffen wurden, was, wie bekannt, in einer schwefelsauren Auflösung nie der Fall ist.

Für Zinn kommen also noch 0,12 Gran und für Eisen 0,034 Gr. in Rechnung.

Der, ihres Zinns und Eisens durch Ammoniak entledigten, Flüssigkeit mischte ich nun Kaliumoxyd hinzu, verdampfte

sie bis zur Trockne und glühete den Rückstand, weichte ihn dann wieder auf und filtrirte. Das Filter, wie das des obigen Versuchs a., verbrannte ich, löste die Asche in Salpetersäure auf, und versetzte die filtrirte Solution erst mit Ammoniak bis zur Abstumpfung derselben, dann mit Ammoniumsulfurid, wodurch 1,37 Gran schwarzes Kupfersulfurid = 0,918 Gran Kupfer, niederfiel.

Das ammoniumsulfuridhaltige Filtrat übersäuerte ich mit Essigsäure, sammelte das Präcipitat im Filter und verbrannte dieses. Was hiervon übrig blieb, war eine unwägbare Menge eines schwärzlichen Pulvers.

Resultat.

Kupfer	74,89	}	75,808
	0,918		
Zinn	23,04	}	23,160
	0,12		
Eisen			0,034
			99,002.

Der Verlust von 0,98 war bei dem obigen Verfahren zu erwarten und wird auf Rechnung des Kupfers zu schreiben seyn.

Die Legirung der Wunstorfer Stiftsthurmglocke dürfte ihres grossen Gehalts an Zinn wegen, wohl zu den vorzüglichsten gehören.

Ueber das Gerben oder Tanen leinener oder hanfener Gegenstände;

von

A. S. Tischhauser

zu Masfluis.

(Mulder's Natur- en Scheikundige Archief. I. Deel. 293. Auszug).

Es ist allgemein bekannt, dass man Fischnetze, leinene