Ueber die Bestimmung der Borsäure nach Gooch, nebst Analysen des Colemanits und Pandermits.

Von

K. Kraut.

Da die Ansichten der Chemiker über die Zuverlässigkeit der von Th. Rosenblatt¹⁾ und von F. A. Gooch²⁾ eingeführten Bestimmungsmethode der Borsäure getheilt sind, so nehme ich Anlass, die Weise, wie diese Methode im Laboratorium der Königl. techn. Hochschule in Hannover ausgeführt wurde und die bei Analyse der oben genannten borsäurehaltigen Mineralien erhaltenen Resultate hier mitzuthellen.

Man glüht in einem geräumigen Platintiegel 2 bis 2,5 g Aetzkalk bis zur Gewichtsconstanz, bringt den Kalk bis auf am Tiegel haftende Spuren in eine bei der Destillation als Vorlage dienende Kochflasche von etwa 200 cc Inhalt, stellt den Tiegel bei Seite und löscht den Kalk mit Wasser zur Milch.

Andererseits bringt man in eine Kochflasche mit Ansatz, wie sie bei Bestimmung des Stickstoffes nach Kjeldahl gebraucht werden, die gewogene borsäurehaltige Substanz, verschliesst mit Kork und Trichterrohr und fügt die mit Kalk beschickte Vorlage an, wie Fig. 2, Seite 166 erkennen lässt. Ist der Apparat hergerichtet, so lässt man durch das Trichterrohr die zur Zersetzung erforderliche Menge Salpetersäure hinzutropfen und destillirt die grösste Menge derselben aus dem Oelbade ab. Zu dem Rückstande lässt man 10 cc Methylalkohol fliessen, den man ebenfalls aus dem Oelbade abdestillirt. Dieses Zusetzen von Methylalkohol und Abdestilliren muss je nach der Menge der Borsäure 6 bis 8 Mal wiederholt werden, wobei es zweckmässig ist, dem Rückstande 1 bis 2 Mal 1 cc Wasser zuzusetzen und dieses Wasser besonders abzudestilliren.

Hat der Rückstand sich als borsäurefrei erwiesen, so spült man den Inhalt der Vorlage in eine Platinschale, wobei man die letzten Spuren Kalk mit einem Tropfen Salpetersäure in Lösung bringt, verdampft auf dem Wasserbade bei möglichst niedriger Temperatur zur Trockne und entleert in den zu Anfang benutzten Platintiegel, zuletzt wieder unter Anwendung von Wasser und einem Tropfen Salpetersäure.

¹⁾ Diese Zeitschrift 26, 18.

²⁾ Daselbst 26, 364.

Der Inhalt des Tiegels wird auf dem Wasserbade zur Trockne gebracht, im Trockenschranke vorsichtig gesteigerter Temperatur ausgesetzt, zunächst über dem Bunsenbrenner, dann im Hempel'schen Ofen bis zur Gewichtconstanz geglüht, was nach durchschnittlich 4 bis 5 Wägungen erreicht wird. Das Mehrgewicht über das Gewicht des Tiegels + Kalk ergibt die Menge der Borsäure.

Chlorhaltige Borsäureverbindungen werden in derselben Weise untersucht, nur dass man nach der letzten Wägung den Gehalt an Chlorcalcium bestimmt und die entsprechende Correction anbringt.

Fig. 2.

Colemanit, untersucht von Dr. H. Ley.

1) 0,6334 g gaben 0,3228 g B_2O_3 , 0,1744 g CaO. Der Kalk wurde aus dem borsäurefreien Destillationsrückstände durch oxalsaures Ammon gefällt. Der Kalk, sowie das Mineral selbst waren magnesiafrei.

2) Die Borsäure wurde durch Abdampfen der salzsauren Lösung mit Methylalkohol verjagt.

0,2868 g gaben 0,0789 g CaO; 0,7281 g gaben 0,201 g CaO;

0,9871 « « 0,2723 « «

3) Selbst bei 9-stündigem Erhitzen auf 180° verliert der Colemanit nur Spuren Wasser. Beim Glühen auch des feingepulverten Minerals verstaubt leicht ein Theil, es wurde daher mit Kalk überschichtet und bis zur Gewichtconstanz geglüht.

1,0156 g verloren 0,2204 g an Gewicht.

2 CaO	112	27,18	27,53	27,51	27,59	27,61.
3 B ₂ O ₃	210	50,97	50,96			
5 H ₂ O	90	21,85	21,70			

2 CaO, 3 B₂O₃, 5 H₂O 412 100,00 100,19

Pandermit, untersucht von Dr. Otto W. Schultze.

Das untersuchte Mineral war frei von Schwefelsäure, Baryt, Strontian und Magnesia und löste sich ohne Rückstand in Salzsäure.

	Lufttrocken	1	2	3	Silliman	Pisani	vom Rath
4 CaO	224	32,00	32,30	32,42	32,29	32,14	32,0
5 B ₂ O ₃	350	50,00	49,92	49,92	50,01		29,8
7 H ₂ O	126	18,00	18,10	18,20		18,46	17,9

4 CaO, 5 B₂O₃, 7 H₂O 700 100,00 100,32 100,54

Da der durch Oxalsäure ausgefällte Kalk bei 1 und 2 noch nachweisbare Mengen Borsäure hielt, wurde bei 3 der oxalsäure Kalk nochmals gelöst und gefällt und jetzt borsäurefrei gefunden. Durch Auflösen in titrierter Salzsäure und Zurücktitriren der überschüssigen Säure mit Natronlauge wurden

32,23 und 32,34 % CaO

durch Kochen mit Salmiak und Titriren des in Schwefelsäure aufgefundenen Ammoniaks

32,70 und 32,27 % CaO

gefunden. Bei 2 enthielt das Gemenge von borsäurem Kalk mit überschüssigem Kalk 2,7 mg im Exsiccator aufgenommene Schwefelsäure, die in Abzug gebracht wurden. Bei der Bestimmung des Wassers wurde das Mineral mit Kalk gemischt und zuerst schwach, dann im Hempelschen Ofen bis zur Gewichtsconstanz geglüht. Ohne Kalk betrug der Gewichtsverlust etwa 1 % mehr.

Die Analysen von Silliman (Am. J. (3) 6, 128; Jahrb. 1873, S. 1196) und Pisani (dessen Mineralogie S. 215), nicht ihre Formeln, stimmen mit meiner Formel überein, dagegen nicht die Analyse vom Rath's (Jahrb. Mineral. 1878, S. 74; Jahrb. 1878, S. 1220). Rammelsberg (Jahrb. Mineral. 1884, 2, S. 158; Jahrb. 1884, S. 1926) gibt die Formel 3 CaO, 4 B₂O₃, 5 H₂O, die 31,23 CaO, 52,04 B₂O₃, 16,73 H₂O erfordert, aber in den Analysen keine Stütze findet. — Die obigen Analysen sind 1891 und 1892 ausgeführt.

Wiesbaden, November 1896.