

Es ist mir eine angenehme Pflicht, meinem Assistenten Hrn. Dr. W. v. Sékérine für seine eifrige und geschickte Hülfe bei Ausführung der vorstehend mitgetheilten Untersuchung auch an dieser Stelle meinen besten Dank auszudrücken.

511. Hermann Traube: Ueber die Darstellung wasserfreier, krystallisirter Metallsilicate.

(Eingegangen am 13. November.)

Die amorphen, wasserhaltigen Niederschläge, welche man in Metallsalzlösungen auf Zusatz von Natriumsilicat erhält, sind noch wenig untersucht worden. Aus einer Lösung von Zinksulfat wird z. B. durch Na_2SiO_3 amorphes Zinksilicat gefällt, welches, wenn die Natriumsilicatlösung überschüssiges Natron enthält, mit Zinkhydroxyd gemengt ist. Um dieses Zinksilicat krystallisirt zu erhalten, wurde die zuerst von Ebelmen¹⁾ beispielsweise bei der Darstellung des Pyroxens MgSiO_3 angegebene Methode befolgt, welche darauf beruht, dass manche amorphe Körper von Borsäure bei sehr hoher Temperatur aufgelöst werden und nach der Verflüchtigung der Borsäure krystallisirt zurückbleiben. Zu dem Zweck wurde amorphes Zinksilicat, welches auf Zusatz einer möglichst wenig überschüssiges Alkali enthaltenden Lösung von Na_2SiO_3 zu Zinksulfat entstanden war, scharf getrocknet und mit dem achtfachen Gewicht geschmolzener Borsäure in einem Platintiegel ungefähr 10 Tage lang der höchsten Temperatur des Porzellanofens ausgesetzt. Ein grosser Theil der Borsäure hatte sich hierbei verflüchtigt; aus der übrig gebliebenen Schmelzmasse wurde durch Auslaugen mit Wasser ein weisses, krystallinisches, in Säuren unlösliches Pulver erhalten. Der Aufschluss gelang erst nach anhaltendem Schmelzen mit Kaliumnatriumcarbonat; die Analyse ergab die Zusammensetzung ZnSiO_3 :

Ber. Procente:	ZnO	57.44,	SiO ₂	42.56.
Gef.	»	»	57.87,	» 41.91.

Unter dem Mikroskop bildet das Zinksilicat deutliche, wasserhelle Kryställchen, Prismen mit domatischer Endigung, deren optische Ei-

¹⁾ Ebelmen, Ann. de phys. et chim. t. 33, S. 34 (1851).

genschaften die Zugehörigkeit zum rhombischen System ergaben. Hier-nach würde das Silicat einen Zink-Pyroxen darstellen und isomorph mit dem natürlichen Mineral Enstatit MgSiO_3 sein. Bemerkenswerth ist, dass das oben erwähnte, von Ebelmen durch Zusammenschmelzen von 9 g SiO_2 , 6 g MgO und 6 g B_2O_3 erhaltene Silicat MgSiO_3 nach den Untersuchungen von Fouqué und Michel-Lévy und von Vogt theils monoklin, theils rhombisch ist.

Auch andere ähnliche, sowie complicirter aufgebaute Silicate sollen nach dieser Methode dargestellt werden.

Der Versuch wurde bereits im Jahre 1892 ausgeführt.

Hrn. Dr. Heinecke, Director der Königl. Porzellan-Manufactur in Charlottenburg, bin ich für die grosse Freundlichkeit, mit der er mir gestattete, Versuche in der Porzellanfabrik auszuführen, zu vielem Dank verpflichtet, ebenso Hrn. Dr. Pukall und Marquardt.

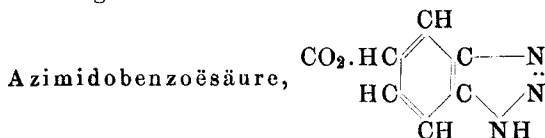
512. J. A. Bladin: Ueber die Oxydation des Azimido-toluols. II.

(Eingegangen am 13. November.)

Ich habe unlängst¹⁾ eine vorläufige Mittheilung über diesen Gegenstand geliefert und dann die (1.2.3)-Triazol-(4.5)-dicarbonsäure beschrieben. Bei der Oxydation bildet sich auch in geringerer Menge eine Azimidobenzoësäure. Man kann indessen die beiden Säuren leicht auf folgende Weise von einander trennen.

Nach vollendeter Oxydation und Abfiltriren des Mangansuper-oxys wird das Filtrat durch Salpetersäure schwach sauer gemacht und dann auf dem Wasserbade concentrirt. Dabei scheidet sich schon in der Wärme die schwer lösliche Azimidobenzoësäure aus und kann durch Umkrystallisiren aus Eisessig gereinigt werden.

Aus dem Filtrat, worin die leicht lösliche Triazoldicarbonsäure sich befindet, kann diese in der Form ihres Silbersalzes durch Fällung mit Silbernitrat isolirt werden; die darin vorhandene Oxalsäure braucht man nicht vorher auszufällen, wenn man die Lösung durch Salpetersäure stark sauer gemacht hat.



Aus Eisessig, worin die Säure ziemlich löslich ist, krystallisirt sie in kleinen, farblosen Blättern, die 1 Molekül Essigsäure enthalten,

¹⁾ Diese Berichte 26, 545.