

Salpetersäure oxydirt. Interessant war es, zu erfahren, ob der Brechweinstein mit salpetersaur. Kali sich combiniren könne. Bis jetzt jedoch ist es mir noch nicht gelungen, diese Verbindung zu erhalten, denn stets krystallisirten unveränderter Brechweinstein und Salpeter aus, wiewohl die Lösung des letzteren Salzes Brechweinstein nicht unbedeutend aufnimmt.

Ganz eigenthümlich ist das Verhalten des Brechweinsteins gegen Borax. Es wird sämtliches Antimonoxyd durch die Borsäure ausgeschieden und ein sogen. Tartarus boraxatus gebildet, der sich seinerseits wiederum mit überschüssigem Brechweinstein combinirt und so in Tetraedern krystallisirt. Auch mit chlorsauren Salzen scheint der Brechweinstein Verbindungen einzugehen. Ich hoffe, nächstens mehr über die Zusammensetzung aller dieser Verbindungen berichten zu können.

2. Ueber die Bestimmung der Weinsäure als weinsaurer Kalk.

Von Demselben.

Bei der Analyse obiger weinsaurer Verbindungen war es mir sehr um die genaue Bestimmung der Weinsäure zu thun. Verschiedene Wege, die ich einschlug, führten nicht zum gewünschten Ziele, so z. B. die Versuche einer Titrirung der Weinsäure mit Chamäleon, oder Ueberführung in Kohlensäure durch Bleihyperoxyd und Schwefelsäure etc. Es blieb mir nichts anderes übrig, als auf die Schwerlöslichkeit des weins. Kalkes in Wasser und Alkohol eine Bestimmungsweise der Weinsäure zu basiren. Wie weit es mir gelungen, geht aus den unten mitgetheilten Belegen hervor, und es ist kein blosser Vorschlag, den ich hier empfehlen möchte.

Gewöhnlich ist in den Handbüchern die Löslichkeit des weinsaur. Kalkes in Wasser wie 1 : 2000 angegeben. Um die Zuverlässigkeit dieser Angabe zu prüfen, schüttete ich

eine Quantität reinen weinsaur. Kalkes in luftfreies, destillirtes, schwach erwärmtes Wasser, und liess das Gemisch unter häufigem Schütteln mehre Tage bei gewöhnlicher Zimmer-temperatur stehen. Darauf wurde durch reine Baumwolle in eine genau gewogene Platinschale filtrirt, gewogen und auf dem Wasserbade verdampft. Das Gewicht der Lösung von 18°C . betrug = 326,803 Grm., das des Rückstandes = 0,137 Grm. Hieraus berechnet sich die Löslichkeit von 1 : 2385,4. Bringt man noch die Correction an, so ergibt sich, da 1 CC. Luft bei 18°C . = 0,001201 Grm. wiegt (= d) und $P' = P + V \cdot d =$ die Zahl 2388,26. Mithin ist also 1 Thl. weinsaur. Kalkes in 2388,26 Thln. Wasser löslich.

Alkohol von 85 Proc. auf dieselbe Weise mit weinsaur. Kalk behandelt, hinterliess nur Spuren desselben. Man wird sich daher wo möglich des Alkohols zum Auswaschen bedienen.

Ist nun die Weinsäure z. B. in weinsaur. Kali zu bestimmen, so löse man das bei 100°C . getrocknete Salz in einer kleinen Porcellanschale mit fehlerfreier Glasur in Wasser, setze neutrale Chlorcalciumlösung und einige Tropfen Kalkwasser hinzu, vermeide jedoch einen zu grossen Ueberschuss von Chlorcalcium, rühre, ohne die Wände zu berühren, mit einem Glasstabe um und lasse etliche Stunden stehen. Der Niederschlag wird dann krystallinisch sein.

Man bringe nun zuerst die darüberstehende Flüssigkeit auf das bei 100°C . gewogene Filter, lasse ablaufen, gebe darauf den Niederschlag dazu, den man am Besten mit einigen Tropfen Weingeist aus der Schale spült, lasse abermals gut ablaufen und wasche nun mit Weingeist von etwa 80—85 Proc. 3—4 Mal aus, was bei der krystallinischen Beschaffenheit des Niederschlages leicht geschieht. Nun trockne man bei 100°C . und wäge als $2\text{CaO}, \text{C}^8\text{H}^4\text{O}^{10} + 8\text{HO}$.

Bei 100°C . giebt der weins. Kalk noch kein Wasser ab.

Ist die Porcellanschale von Innen rauh oder wird sie vom Glasstabe stark gestreift, so setzt sich der Niederschlag sehr fest an und kann nur mit Verlust wieder losgemacht werden. Hat man zu viel Flüssigkeit, so enge man sie vor dem Zusatze des Chlorcalciums ein. Ist neben Weinsäure

zugleich auch Chlorwasserstoffsäure oder Salpetersäure zugegen, so neutralisirt man sie mit reinem kohlen-sauren Kalk bis zur schwach sauren Reaction, erwärmt, um die Kohlen-säure zu vertreiben, mit der Vorsicht jedoch, dass durch die entweichende Kohlensäure nichts verspritzt werde, und stumpft schliesslich mit etwas Kalkwasser ab.

Belege.

NB. Bei den Versuchen 4—7 wurden mit Salzsäure ausgewaschene Filter benutzt.

1) 0,737 Grm. weinsaur. Kali, bei 100°C. getrocknet, mit Chlorcalcium und etwas Kalkwasser gefällt, mit Wasser ausgewaschen, = 0,766 Grm. weins. Kalk;

gesucht = 0,413 Weinsäure,
 gefunden = 0,390 „

2) 0,825 weinsaur. Kali, bei 100°C. getrocknet, mit Chlorcalcium und etwas Kalkwasser gefällt, mit Weingeist und kaltem Wasser abwechselnd ausgewaschen, = 0,879 Grm. weins. Kalk;

gesucht = 0,463 Grm. Weinsäure,
 gefunden = 0,447 „

3) 1,0 Grm. Seignettesalz, lufttrocken, mit Chlorcalcium allein gefällt, mit schwachem Weingeist ausgewaschen, = 0,894 Grm. weins. Kalk;

gesucht = 0,468 Grm. Weinsäure,
 gefunden = 0,454 „

4) 1,0 Grm. Seignettesalz, lufttrocken, mit CaCl allein gefällt, mit Weingeist von 84 Proc. ausgewaschen, gab = 0,898 Grm. Niederschlag;

gesucht = 0,468 Grm. Weinsäure,
 gefunden = 0,456 „

5) 0,20 Grm. desselben Salzes, ebenso behandelt, nur etwas länger ausgewaschen, gab = 0,168 Grm. Niederschlag;

gesucht = 0,093 Grm. Weinsäure,
 gefunden = 0,085 „

6) 0,360 Grm. weinsaur. Kali lufttrocken, ebenso behandelt, gab 0,378 Grm. Niederschlag;

gesucht = 0,202 Grm. Weinsäure,

gefunden = 0,192 „ „

7) 0,668 Grm. desselben Salzes, bei 100° C. getrocknet (wodurch es um ein Geringes an Gewicht verliert, als wenn man es lufttrocken wiegt) mit Chlorcalcium und einigen Tropfen Kalkwasser gefällt, drei Mal mit Weingeist von 85 Proc. ausgewaschen, gaben = 0,729 Grm. Niederschlag;

gesucht = 0,374 Grm. Weinsäure,

gefunden = 0,370 „ „

Der weinsaure Kalk ist in Salmiak bedeutend löslich, scheidet sich aber daraus nach einiger Zeit krystallinisch aus. Ebenso ist er im Chlorcalcium löslich. Auf einem gewogenen Filter wurden 1,396 Grm. weins. Kalkes mit einer Lösung von 10 Grm. CaCl in 60 Grm. Wasser wiederholt ausgewaschen, darauf mit Alkohol ausgesüsst. Es hinterblieben auf dem Filter noch 1,342 Grm., es waren also 0,053 Grm. auf diese Weise in Lösung gegangen.

Versetzt man die Lösung des weins. Kalkes in Salmiak und in Chlorcalcium mit Weingeist, so scheidet er sich leichter und vollständiger ab. Wo es also die zu analysirende Verbindung zulässt, wird man durch Weingeist-Zusatz die Fällung sehr befördern und die Löslichkeit des Niederschlags auf ein Minimum herabdrücken können.

3. Ein Luftdruckfiltrir-Apparat.

Von Demselben.

Um schleimige Flüssigkeiten, die oft ärgerlich langsam ein gewöhnliches Filter passiren, rascher zu filtriren, habe ich mir einen Luftdruckfiltrir-Apparat zusammengestellt, der ein beschleunigtes Filtriren und Auswaschen gallertartiger Niederschläge ermöglicht. Da ich hoffe, durch Veröffentlichung desselben manchem einen willkommenen Dienst zu leisten, so gebe ich die Beschreibung der Vorrichtung möglichst genau, so dass Jedermann im Stande sein wird, dieselbe mit gewöhnlichen Mitteln sich anzufertigen. Als Vorbild diente mir