

scheint. Das Auffallendste ist die Ueberführung des Kupfers von dem jedenfalls die grüne Farbe herrührte, bei dieser niedrigen Temperatur. Den zweiten Bestandtheil zu erforschen war nicht möglich, weil diese Verbindung beim Oeffnen der Röhre verschwindet.

Ob es eine Verbindung von salpetriger Säure mit Kupfer, ausgeschieden durch Sättigung der Salpetersäure mit Kupfer, oder des Stickoxyduls mit letzterem sey, muss ich dahin gestellt seyn lassen.

Wenn der innere Druck über 50 Atmosphären steigt, verschwindet diese Substanz nach und nach gänzlich.

Die Atmosphäre ist übrigens ungefärbt. Obschon ich Röhren habe, in denen der innere Druck über 60 Atmosphären ist, d. h. sich so viel Salpetergas entbunden hat, dass der innen lastende Druck das 60fache des gewöhnlichen Atmosphärendrucks ist, so zeigt sich dennoch nichts einem in tropfbar flüssige Form übergegangenem Gase analoges.

Neues Verfahren für die Analyse der Alkali-Silikate;

von

Aug. Laurent.

(Annal. d. Chem. et de Phys. LVIII. 428. Auszug).

Seit zwei Jahren bin ich bei der königlichen Manufaktur zu Sevres mit einer grossen Zahl Analysen von Feldspath und Kaolin beschäftigt, wo die genaueste Bestimmung des Kaligehaltes, der oft nur 0,01 bis 0,02 beträgt, nothwendig war. Ich habe folgendes Verfahren angewandt, welches durch seine Einfachheit, Schnelligkeit und Genauigkeit Vorzüge vor den andern bekannten Methoden besitzt.

Es besteht in der Darstellung von Fluorwasserstoffsäure in einem bleiernen Gefässe, die man in Dampfform auf das Silikat leitet.

Das bleierne Gefäss hat 0,140 Höhe auf 0,105 Durchmesser, ist 0,006 dick, der Boden nochmal so dick. Es ist mit einem genau schliessenden Deckel versehen, der 0,010 Dicke hat, und 0,020 von oben mit einer kleinen Oeffnung von 0,005 im Durchmesser versehen, die von aussen durch einen Rand verstärkt ist. In diese Oeffnung bringt man ein Platinrohr von demselben äussern Durchmesser, welches in der Mitte seiner Länge, 0,100, zu einem rechten Winkel umgebogen ist.

Bei der Operation bringt man in das Bleigefäss gepülvertes Fluorcalcium und die nöthige Schwefelsäure, und setzt den Deckel auf; damit dieser hermetisch schliesse, bringt man in den Falz geschmolzenes Kautschuck, dann setzt man das Platinrohr in die kleine Oeffnung und kittet es ebenfalls mit Kautschuck ein.

Anderseits wiegt man 2 bis 3 Gramm des aufs feinste gepülverten Silikates ab in einem Platintiegel, der nur 0,040 bis 0,045 Tiefe haben darf, und mengt das Pulver mit dem 2 bis 5fachen seines Gewichts Wasser. Man stellt den Tiegel so, dass das Platinrohr einige Millimeter in das Wasser taucht, bringt einige brennende Kohlen unter das Bleigefäss, worauf sich alsbald Fluorwasserstoffsäure entwickelt, die sich in Wasser auflöst, und nach einigen Minuten auf das Silikat wirkt, daraus das Kiesel als Fluorkiesel abscheidend. Um sich vor diesem mit Fluorwasserstoffsäure im Ueberschuss vermischten Gase zu schützen, stellt man den Dom eines Reverberirofens so neben dem Tiegel, dass sein Ausschnitt die Hälfte des Tiegels umfasst, und unter den mit einem Rauchfange von Eisenblech versehenen Dom bringt man eine kleine Lampe oder angezündete Kohlen, um einen

Luftstrom zu bewirken. Man muss das Silikat stets mit einem kleinen Platinspatel umrühren, den man mit einer Pinzette hält, deren Enden mit einer Wachsschicht überzogen sind. - Die Operation muss möglichst langsam ausgeführt werden; wenn man sie allenfalls auch in einer Viertelstunde beenden könnte, so ist es doch besser drei Viertelstunden, selbst eine Stunde, darauf zu verwenden. Bei einem zu geringen Zusatz von Wasser verdickt sich die Materie und bildet Krümchen, deren Mittelpunkt dem Contact der Fluorwasserstoffsäure entzogen ist. Wenn die Masse gallertartig wird, muss man mittelst einer Pipette einige Tropfen Wasser zusetzen, hat man anfangs gleich zu viel Wasser zugesetzt, so ist der Angriff nur partiell. Wenn die Entwicklung der Säure zu rasch ist, und das Silikat sich aufblähet, so muss man den Tiegel sogleich einige Millimeter erniedrigen und einige Tropfen Wasser hinein fallen lassen.

Der Angriff ist beendet, wenn das Silikat eine mehr oder weniger trübe Auflösung bildet, oder eine kleisterartige Materie. Man zieht dann den Tiegel zurück, und um sich gegen die Dämpfe zu schützen, die fortfahren, aus dem Bleigefässe zu entweichen, lässt man sie mittelst der kleinen Röhre durch Wasser absorbiren.

Die Analyse wird hierauf nach gewöhnlicher Art fortgeführt. Die Fluorüre werden in Sulfat verwandelt, und man raucht zur Trockne ab. Im Allgemeinen ist es unmöglich in einem kleinen Gefässe ein Sulfat abzuräumen, ohne sich der Gefahr auszusetzen, eine grosse Quantität Materie durch Umherspritzen zu verlieren. Man vermeidet dieses aber vollständig, wenn man den Platintiegel auf folgende Weise erhitzt. Nachdem man den Spatel mit Schwefelsäure abgewaschen hat, zieht man ihn von dem Tiegel zurück, und stellt diesen auf einen kleinen Triangel von Draht, dessen drei Arme nach Art eines umgekehrten Dreifusses zu-

rückgebogen sind. Diesen Triangel stellt man auf einen zweiten, dessen Arme gerade sind, und bringt das Ganze auf einen Ofen, legt einige Kohlen unter den Tiegel und darauf um den obern Theil gut brennende Kohlen. Nach Aufhören des durch die Entweichung der Fluorwasserstoffsäure verursachten Aufbrausens, legt man den Deckel, welcher mit einem umgekogenen Rande versehen seyn muss, auf. Auf diese Weise geht die Verdunstung von der Oberfläche der Flüssigkeit vor sich, ohne Umhersprützen.

Nach völliger Entfernung der Schwefelsäure lässt man die trocknen Sulfate mit concentrirter Chlorwasserstoffsäure eine Stunde lang bei mässiger Wärme digeriren, nimmt alles in Wasser auf, wäscht den Tiegel gehörig aus, und bringt das Ganze zum Kochen. Die calcinirte schwefelsaure Alaunerde löst sich schwierig auf, weshalb ich oft glaubte, dass das Silicat nicht gehörig aufgeschlossen sey; nach einem hinreichend fortgesetzten Kochen löste sich aber alles auf. Man braucht dann nur die Alaunerde, den Kalk, die Magnesia zu fällen, und die Alkalisulfate zur Trockne abzurauchen. Die Analyse lässt sich rasch bewerkstelligen, weil die Auswaschungen, besonders wenn man sie mit heissem Wasser macht, sehr leicht vor sich gehen.

Ueber eine neue und schnelle Bereitung des Kaliumoxydbikarbonats;

vom

Dr. Du Ménil.

Es ist bekannt, dass Kaliumoxydbikarbonat auf verschiedenen Wegen dargestellt wird, z. B. dadurch, dass man gelöstes Kaliumoxydkarbonat mit gasförmiger Kohlensäure, sei es mit künstlich entbundener oder mit irgendwo stagni-