

Zur Bestimmung der Alkalien in den feuerfesten Thonen und Steinen. G. Gore (Journ. of the Chem. Soc. Vol. 15 p. 105) betrachtet die Aufschliessung der feuerfesten Thone und Steine zum Zwecke der Alkalienbestimmung mit wässriger oder gasförmiger Flusssäure als eine langwierige Operation, und auch das Schmelzen der gepulverten Substanz mit salpetersaurem Baryt soll nach dem Verfasser unvollkommene Resultate liefern, da die Materialien nur zu einer halbgeschmolzenen Masse zusammenbackten. Er empfiehlt dagegen das folgende Verfahren. Drei Theile vollkommen trocknen salpetersauren Baryts werden sehr fein pulverisirt und mit drei Theilen ebenfalls trocknen und fein gepulverten Fluorbaryums und einem Theile des sehr feinen Thon- oder Steinpulvers vermischt. Das Gemenge trägt man in mehreren Portionen in einen rothglühenden Platintiegel ein, bedeckt es noch mit etwas salpetersaurem Baryt und Fluorbaryum und erhitzt dann möglichst stark über einer Bunsen'schen Gaslampe. Verf. bringt den Tiegel darauf noch in einen Griffin'schen*) Gasofen und erhitzt ihn darin 15 Minuten lang zu einem noch höheren Grade, worauf er ihn herausnimmt und erkalten lässt. Kleine, noch an dem Rande des Tiegels hängende Theilchen werden dann vorsichtig entfernt und zu der Hauptmasse gegeben; der darauf mit einer starken Platinplatte bedeckte Tiegel wird in einen Griffin'schen Gebläse-Gasofen gesetzt und nochmals 20 Minuten lang der grösstmöglichen Hitze ausgesetzt. Nach Entfernung des Deckels wird der vollkommen flüssige Inhalt des Tiegels in ein flaches massives Gefäss von Gusseisen ausgegossen und die heisse Masse zugleich mit einem kalten Stück Gusseisen bedeckt. Sie zerspringt in zahlreiche, kleine Stückchen, welche vorsichtig in einem Stahlmörser gepulvert werden. Das erhaltene grobe Pulver wird dann nebst Tiegel in einer Platinschale mit reiner Schwefelsäure übergossen. Bei mässiger Erwärmung wird die Masse rasch zersetzt, indem der entstehende schwefelsaure Baryt auf der Säure als ein dicker Schaum schwimmt. Sobald die Einwirkung abnimmt, wird stärker erhitzt, zur Verjagung der überschüssigen Schwefelsäure zur Trockne verdampft, der Rückstand mit viel heissem Wasser aufgenommen und die Alkalien nach üblicher Weise bestimmt.

Die beschriebene Manipulation dauert nach dem Verfasser etwa vier Stunden, und sollen die nach dieser Methode erhaltenen Resultate sehr gut mit denjenigen, welche durch Behandlung der Substanzen mit

*) Vergl. diese Zeitschrift B. 2. S. 192.

wässriger Flusssäure erhalten werden, übereinstimmen. Ob es dieser Methode gelingen wird, das eben so leicht ausführbare, als einfache und genaue Verfahren, welches auf der Anwendung, starker wässriger Flusssäure beruht, zu verdrängen, möchte ich bezweifeln.

Bestimmung des Kohlenstoffs in Roheisen (wie auch in anderen kohlenstoffhaltigen Körpern.) Bekanntlich erklärten die Gebrüder Rogers 1848, dass Kohlenstoff, selbst im Zustande des Graphits, durch Erhitzen mit einer Mischung von doppelt-chromsaurem Kali und überschüssiger concentrirter Schwefelsäure vollkommen oxydirt werden könne. Brunner (Poggend. Annal. 95. 379) nahm die Methode später auf und theilte in Betreff ihrer Genauigkeit befriedigende analytische Resultate mit. Er wandte die Methode namentlich auch zur Bestimmung des Kohlenstoffs im Roheisen etc. an. Ullgren*) hat den Gegenstand auf's Neue bearbeitet. Er ersetzt das saure chromsaure Kali durch kalifreie Chromsäure, um die lästige, die Oxydation beeinträchtigende und die Erkennung ihrer Beendigung hindernde Bildung von wasserfreiem schwefelsaurem Chromoxydkali zu beseitigen, welches sich bei Anwendung concentrirter Schwefelsäure als grünes schlammiges Pulver absetzt und in Wasser, Säuren und Alkalien fast unlöslich ist.

Zur Absorption der Kohlensäure benutzt er Röhren, welche zum grösseren Theil mit Kalihydrat enthaltendem Bimsstein, zum kleineren mit Chlorcalcium gefüllt sind. Der kalihaltige Bimsstein wird erhalten, indem man 1 Th. Kalihydrat in 3 bis 4 Theilen Wasser auflöst, die Lösung in einem eisernen Gefässe erwärmt und unter fortwährendem Erwärmen (etwas über 100°) so viel zu kleinen Körnern gestossenen Bimsstein einrührt, dass das Ganze eine beinahe trockene Masse bildet. Man füllt dieselbe noch heiss in ein Glas mit eingeschliffenem Stopfen und schüttelt sie darin um, bis sie so weit erkaltet ist, dass die Körner nicht mehr an einander kleben bleiben. Die Kohlensäure wird von dem so vorbereiteten Bimsstein sehr schnell und vollständig (nach des Verfassers Angabe rascher, als von Natronkalk) absorbiert.

Der Apparat, dessen sich Ullgren bedient, ist in Fig. 27 dargestellt. Der Kochkolben a fasst 150 CC., er steht in dem Drahtkorbe b; c ist während der Operation durch einen eingeschobenen Glasstab ge-

*) Annal. d. Chem. u. Pharm. 124. 59.