

Wurden dem Wein bekannte Mengen von Essigsäure zugesetzt, so wurden dieselben auch genau wieder gefunden.

50 CC. des Hallgartner Weins wurden mit 20 CC.  $\frac{1}{10}$  Normal-essigsäure versetzt.

Die Destillate erforderten 25,5 CC.  $\frac{1}{10}$  Normalnatronlauge.

Die Weindestillate allein 5,55 " " "

Bleibt 19,95 " " " für die zugesetzten 20 CC.  $\frac{1}{10}$  Normaleessigsäure.

Nach diesem Verfahren führte ich in einer Reihe von Weinsorten Essigsäurebestimmungen aus, von denen die bei der Analyse der Ahrbleicherten erhaltenen Resultate als Beispiele dienen mögen:

1865er	0,083	Proc. Essigsäurehydrat.
1867er	0,067	" "
1867er (trüb)	0,101	" "
1867er	0,080	" "
1867er	0,079	" "
1867er	0,077	" "
1868er	0,059	" "
1868er	0,064	" "
1868er	0,067	" "
1868er	0,067	" "

Chlor liess sich durch Silberlösung in den meisten Destillaten nicht, in wenigen nur durch Opalisiren erkennen.

Die Destillation erfordert allerdings längere Zeit, jedoch wenig Aufmerksamkeit, da das Kochen sehr ruhig und ohne jegliches Schäumen oder Stossen vor sich geht.

## Ueber die Eigenschaft der amorphen Kieselsäure aus der Luft hygroskopische Feuchtigkeit aufzunehmen.\*)

Von

**Aug. Souchay.**

Aus Wasserglas wurde reine amorphe Kieselsäure dargestellt. Ein Theil der so gewonnenen Kieselsäure wurde schwach gegläht, ein

\*) Herr Dr. Lippert, in früherer Zeit Assistent an meinem Laboratorium, jetzt Director der Ultramarinfabrik in Heidelberg machte mich zuerst auf die

anderer Theil in der stärksten Hitze, die mit der Bunsen'schen Gasflamme hervorgebracht werden konnte, ein dritter Theil endlich über dem Gebläse. Die diesen drei verschiedenen Hitzegraden unterworfenen Kieselsäure wurde sodann im offenen Tiegel an der Luft stehen gelassen, indem lediglich ein Becherglas in der Weise darüber gestürzt wurde, dass die Luft ungehinderten Zugang und freie Cirkulation hatte, und schliesslich die Kieselsäure mit Tiegel zeitweise gewogen.

#### Versuchsreihe I.

Kieselsäure mit Tiegel 10 Minuten lang schwach geglüht	= 30,6440 Grm.
Kieselsäure mit Tiegel wiederum 10 Minuten schwach geglüht	= 30,6440 »
Tiegel leer	= 26,7985 »
Menge der schwach geglühten $\text{SiO}_2$	= 3,8455 Grm.
1) Nach Verlauf von 5 Minuten wogen Tiegel und $\text{SiO}_2$ der Luft ausgesetzt	= 30,6490 Grm.
2) Nach Verlauf von weiteren 10 Minuten wogen Tiegel und $\text{SiO}_2$ der Luft ausgesetzt	= 30,6525 »
3) Wieder nach Verlauf von 10 Min. wogen Tiegel und $\text{SiO}_2$ der Luft ausgesetzt	= 30,6540 »
4) Nach Verlauf von weiteren 10 Min. wogen Tiegel und $\text{SiO}_2$ der Luft ausgesetzt	= 30,6580 »
5) Nach Verlauf von weiteren 10 Min. wogen Tiegel und $\text{SiO}_2$ der Luft ausgesetzt	= 30,6602 »
6) Nach Verlauf von weiteren 15 Min. wogen Tiegel und $\text{SiO}_2$ der Luft ausgesetzt	= 30,6635 »
7) Nach Verlauf von weiteren 10 Min. wogen Tiegel und $\text{SiO}_2$ der Luft ausgesetzt	= 30,6655 »
8) Nach Verlauf von weiteren 10 Min. wogen Tiegel und $\text{SiO}_2$ der Luft ausgesetzt	= 30,6680 »
9) Nach Verlauf von weiteren 10 Min. wogen Tiegel und $\text{SiO}_2$ der Luft ausgesetzt	= 30,6695 »

hygroskopischen Eigenschaften der geglühten amorphen Kieselsäure aufmerksam. — Der Gegenstand schien mir nicht nur im Hinblick auf geologische Vorgänge, sondern auch in Betreff der so häufig vorkommenden Bestimmung der Kieselsäure bei Analysen von Interesse und ich bat daher Herrn A. Souchay einige Versuche über denselben anzustellen. Wie sich aus der die Resultate enthaltenden Mittheilung ergibt, fanden die Beobachtungen des Herrn Dr. Lippert volle Bestätigung.

- 10) Nachdem der Tiegel mit der  $\text{SiO}_2$  noch eine Nacht und etliche Stunden am Morgen gestanden hatte, betrug das Gewicht = 30,7320 Grm.
- 11) Sieben Stunden darnach wurde wieder gewogen und das Gewicht gefunden = 30,7490 >
- 12) Nach dem Stehen während einer Nacht und nahezu  $\frac{1}{2}$  Tag wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2$  = 30,8048 >
- 13) Nach Verlauf von noch einer Nacht und nahezu  $\frac{1}{2}$  Tag wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2$  = 30,8465 >
- 14) Nach Verlauf von noch  $\frac{1}{2}$  Tag wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2$  = 30,8660 >
- 15) Eine Nacht und  $\frac{1}{2}$  Tag später wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2$  = 30,9215 >
- 16) Wieder 2 Nächte und ungefähr einen Tag später wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2$  = 31,0500 >
- 17) Wieder nach 2 Nächten und ungefähr 1 Tag wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2$  = 31,0810 >
- 18) Nach abermaligem Verlauf von einer Nacht und ungefähr  $\frac{1}{2}$  Tag wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2$  = 31,0855 >
- 19) Nach Verlauf von 2 Nächten und  $\frac{1}{2}$  Tag wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2$  = 31,0925 >
- 20) Nach Verlauf von mehreren Tagen wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2$  = 31,1970 >
- 21) Wieder wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2$  nach einigen Tagen wie unmittelbar oben angegeben = 31,1970 >

Es dauerte demnach, wie aus obigen Angaben ersichtlich ist, Wochen lang, bis die schwach geglühte Kieselsäure mit Feuchtigkeit aus der Luft völlig gesättigt war. Die 3,8455 Grm. geglühte Kieselsäure hatten nach Ablauf der angegebenen Zeitabschnitte 0,5530 Grm. hygroskopische Feuchtigkeit aufgenommen, oder es hatten 100 Th. Kieselsäure aufgenommen 14,38 Th. Wasser.

#### Versuchsreihe II.

- Nachdem Tiegel und Kieselsäure etliche Male in der stärksten Hitze der Gasflamme geglüht worden waren, wogen beide = 14,2790 Grm.
- Tiegel mit Kieselsäure hierauf nochmals in der stärksten Hitze der Gasflamme geglüht, wogen = 14,2790 >
- Der leere Tiegel wog = 13,0010 >
- Menge der geglühten  $\text{SiO}_2$  = 1,2780 Grm.

Die Ergebnisse der Gewichtszunahme an Feuchtigkeit der in diesem Stadium geglühten Kieselsäure waren folgende:

- 1) Nachdem die  $\text{SiO}_2$  eine Nacht und  $\frac{1}{2}$  Tag nach dem Glühen offen an der Luft gestanden hatte, wog sie mit Tiegel = 14,2918 Grm.
- 2) Tiegel mit  $\text{SiO}_2$  eine Nacht und einen Tag später gewogen, wogen = 14,3005 »
- 3) Tiegel mit  $\text{SiO}_2$  nach zwei Nächten und ungefähr einem Tag wogen = 14,3040 »
- 4) Tiegel mit  $\text{SiO}_2$ , nach dem Stehen während einer Nacht und ungefähr  $\frac{3}{4}$  Tag, wogen = 14,3045 »
- 5) Tiegel mit  $\text{SiO}_2$ , nach dem Stehen von ein Paar Nächten und ein Paar Tagen, wogen = 14,3045 »

Nachdem die beiden zuletzt angegebenen Wägungen gezeigt hatten, dass die Gewichtszunahme der Kieselsäure an der Luft ihr Ende erreicht hatte, wurde sie wie früher 10 Minuten lang in der stärksten Hitze der Gasflamme geglüht. Nach dem Erkalten unter dem Exsiccator wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2$  = 14,2790 Grm.

Die mit Feuchtigkeit gesättigte Kieselsäure gab also ebenso viel hygroskopisches Wasser beim Glühen wieder ab, als sie nach und nach beim Stehen an der Luft aufgenommen hatte.

1,2780 Grm. der so geglühten Kieselsäure hatten aufgenommen 0,0255 Grm. Wasser oder 100 Th. Kieselsäure 2,00 Th. Wasser.

### Versuchsreihe III.

- Tiegel mit  $\text{SiO}_2$  über 10 Minuten lang stark in der Gasflamme geglüht = 32,3680 Grm.
- Tiegel mit  $\text{SiO}_2$  hierauf auf dem Gebläse stark, 5 Minuten lang, geglüht = 32,3345 »
- Tiegel mit  $\text{SiO}_2$  nochmals über dem Gebläse 5 Min. lang stark geglüht = 32,3330 »
- Nachdem die so behandelte Kieselsäure  $\frac{3}{4}$  Stunden lang an der Luft im offenen Tiegel gestanden hatte, wog sie mit diesem = 32,3340 »
- Nach dem Stehen während noch einer Nacht und  $\frac{1}{2}$  Tag wogen Tiegel und Kieselsäure = 32,3356 »
- Nach Verlauf mehrerer Tage wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2$  = 32,3380 »
- Nach Verlauf etlicher Tage und etlicher Nächte wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2$  wiederum = 32,3380 »
- Das Gewicht des leeren Tiegels war = 26,8010 »

Nachdem auch hier die beiden übereinstimmenden Wägungen angezeigt hatten, dass der Sättigungspunkt mit Feuchtigkeit eingetreten war, wurden Tiegel und Kieselsäure wieder 10 Minuten lang dem stärksten Gebläsefeuer unterworfen. Nach dem Erkalten unter dem Exsiccator wogen Tiegel und  $\text{SiO}_2 = 32,3330$  Grm.

Wird letztere Wägung mit obigen verglichen, so ersehen wir auch hier, dass beim Glühen ebenso viel Feuchtigkeit abgegeben wurde, als beim Stehen an der Luft aufgenommen worden war.

5,5320 der über dem Gebläse geglühten Kieselsäure hatten aufgenommen 0,0050 Grm. Wasser oder 100 Th. Kieselsäure 0,09 Th. Wasser.

Verhalten der krystallisirten Kieselsäure.

Es wurde Quarzpulver in einem Platintiegel abgewogen.

Platintiegel mit Quarzpulver schwach geglüht  $= 17,9735$  Grm.

» » desgleichen schwach geglüht  $= 17,9735$  »

Platintiegel mit Quarzpulver nach dem Stehen während etlicher Nächte im offenen und dem Zutritt der Luft ausgesetzten Tiegel  $= 17,9735$  »

Auch nach wochenlangem Stehen des Quarzpulvers im offenen Tiegel an der Luft wurde das Gewicht des Tiegels und der Kieselsäure bei abermaliger Abwägung unverändert gefunden.

Die krystallisirte Kieselsäure nahm also keine Feuchtigkeit beim Stehen an der Luft auf.

Aus diesen Versuchen ergeben sich folgende Schlüsse:

1. Amorphe geglühte Kieselsäure ist immer hygroskopisch.
2. Der Grad der Hygroskopicität ist sehr verschieden, je nach dem Hitzgrade, welchem die amorphe Kieselsäure ausgesetzt war, so zwar, dass schwach geglühte am meisten, sehr stark geglühte am wenigsten Wasser aufnimmt.
3. Bei schwach geglühter amorpher Kieselsäure ist die Wasseraufnahme schon nach Minuten so bemerklich, dass bei Nichtberücksichtigung dieser Eigenschaft merkliche Fehler bei Analysen entstehen können.
4. Krystallisirte Kieselsäure — auch schwach geglühte — ist nicht hygroskopisch.