

Der Präsident macht die Mittheilung, dass eine Beschreibung des Hofmann-Festes, das die Gesellschaft am 8. Januar d. J. veranstaltet hat, als besondere Beilage zu den „Berichten“ erscheinen werde.

Für die Bibliothek ist eingegangen:

Dr. O. Liebreich: Das Chloralhydrat, ein neues Hypnoticum und Anästheticum. Berlin 1869. 2. Aufl. (Geschenk des Verf.)

Mittheilungen.

16. Benno Franz: Ueber Zirkonium,

(eingegangen am 22. Januar, dem wesentlichen Inhalt nach vorgetragen von Hrn. Dr. Schuchardt in der Sitzung vom 10. Januar d. J.)

Es sei mir zunächst gestattet, einige Worte über die Gewinnung der Zirkonerde aus dem Rohmateriale vorzuschicken.

Da bei Verarbeitung einer grössern Menge von 5 Kilo amerikanischen Zirkons der gewöhnliche Weg der Aufschliessung mit saurem Fluorkalium mir aus verschiedenen Gründen nicht thunlich erschien und da mir ebensowenig kohlen-saures Kali aus unten zu erwähnendem Grunde ein befriedigendes Resultat ergab, so wurde die Aufschliessung, abweichend von der gewöhnlichen Art und Weise, mit doppelt schwefel-saurem Kali ausgeführt. — Nach dem wiederholtesten Auslaugen der fein gepulverten Schmelze mit kochendem Wasser, dem etwas Schwefel-säure zugesetzt wurde, blieb sehr reine basisch schwefelsaure Zirkonerde im Rückstande. — Es ist dies die sechstel schwefelsaure Zirkonerde Hermanns, $3\text{ZrO}_2\text{SO}_3$, die in kochendem Wasser völlig unlöslich ist.

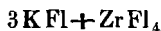
Behufs weiterer Bearbeitung wurde dieselbe in kleinen Portionen in schmelzendes Natronhydrat eingetragen, die Schmelze genügend mit kaltem Wasser ausgewaschen und die rückständige, noch mit Natron verunreinigte Zirkonerde in heisser concentrirter Schwefel-säure gelöst, verdünnt, filtrirt und mit Ammoniak gefällt.

Es ist leicht, auf diese Weise eine reine Zirkonerde zu erhalten, während mir dies beim Aufschliessen mit kohlen-saurem Kali nur dann gelungen, wenn ich die Schmelze mit wässriger Flusssäure löste und das entstandene Fluorkaliumzirkonat wiederholt umkrystallisirte.

Leider treten hierbei zwei Uebelstände zu Tage. — Einmal nämlich ist das Umkrystallisiren grösserer Mengen Fluorzirkonkaliums wegen seiner schweren Löslichkeit sehr lästig, dann aber verbietet sich wegen eines kleinen nie zu vermeidenden Ueberschusses von Flusssäure von vornherein jegliche Art von Glasgefässen.

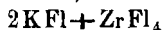
Hauptsächlich letzterer Umstand war es, der mich von der Aufschliessung mit saurem Fluorkalium abgehalten. —

Zur Gewinnung des metallischen Zirkoniums nun wurde das so erhaltene mässig getrocknete Zirkonhydrat in möglichst wenig wässriger Flusssäure gelöst und die klare Flüssigkeit in eine überschüssige concentrirte Lösung von neutralem Fluorkalium getropfelt. — Es fällt, falls die Lösungen nicht verdünnt waren, alles Zirkon vollständig als ein Doppelsalz, dem die Formel



entspricht.

Verfährt man umgekehrt, d. h., giesst man in eine überschüssige Fluorzirkoniumlösung Fluorkalium, so fällt ein Salz, dem die Formel:



entsprechend ist. —

Beide Doppelverbindungen sind schwer löslich und können nur aus viel heissem Wasser krystallisirt erhalten werden, die erstere in mikroskopischen wasserfreien Krystallen, die letztere in schönen Nadeln, die oft, ähnlich dem borsauren Kalke, raupenförmig gruppirt sind.

Das letztere Fluorkaliumzirkonat ist meiner Erfahrung gemäss nicht gut geeignet zur Gewinnung krystallisirten Zirkoniums, vielleicht, weil bei dem bedeutend höheren Zirkonerdegehalt des Salzes die Reaction zu rasch erfolgt, vielleicht, weil ich bei den zwei Versuchen, die in dieser Richtung angestellt wurden, zu wenig Aluminium verwendete, obgleich ich bei der zweiten Reduction anderthalb mal mehr Aluminium als bei der ersten zugegeben hatte.

Augenblicklich bin ich leider nicht in der Lage, wiederholte Versuche anzustellen, denn einmal mangelt es mir an Zeit, dann aber kommt die Kostspieligkeit des zugehörigen Materials in Betracht.

Mit immer gutem Erfolge habe ich mich dagegen des ersteren Doppelfluorürs bedient, das sich auch deswegen schon empfiehlt, weil man in ihm die ganze angewendete Menge Zirkonerde leicht zur Reduction gelangen lassen kann und weil man nicht erst wieder, wie bei dem letzteren Salze, die in der Mutterlauge befindliche Zirkonerde auszufällen hat.

Ich menge das gut getrocknete erstere Fluorkaliumzirkonat mit etwa dem zweifachen Gewichte klein geschnittenen Aluminiums auf innigste und setze dasselbe etwa vier Stunden lang in einem Tiegel aus Gasretortenkohle einer Temperatur aus, die mindestens Kupferschmelzhitze erreicht.

Man erhält nach dem Erkalten und Zerschlagen des Tiegels einen Regulus von Aluminium, welcher von parallel zu einander geordneten grossen Blättchen metallischen Zirkoniums durchsetzt ist. — Die Blätter sind oft sehr gross, aber ungemein dünn, stark glänzend

und ausserordentlich spröde, so dass man bei dem nun folgenden Auslösen des Aluminiums mit mässig verdünnter Salzsäure ziemlich vorsichtig verfahren muss.

Die mit dem Metall angestellten Analysen ergaben im Mittel

98,34	Zr
1,03	Al
0,17	Si
99,54	

Einen Anhalt für die Reinheit des Präparates bot mir von vornherein schon der Umstand, dass in der Schlacke keine Zirkonerde nachgewiesen werden konnte, während die Ausbeute aus 200 Grm. angewendeten Fluorzirkonkaliums, denen 68,1 Grm. Metall entsprechen, 67,5 Grm. betrug.

Ganz unumgänglich nöthig ist es übrigens, die Temperatur bei der Reduction möglichst hoch zu halten, weil im andern Falle bei sinkender Hitze der Aluminiumgehalt ganz unverhältnissmässig steigt.

Andere Reductionsmethoden, die versucht wurden, bleiben hier unerwähnt, da sie immer nur zu amorphem Zirkonium geführt.

17. Fr. Rüdorff: Vorlesungsversuch.

(Vorgetragen und vorgezeigt vom Verfasser.)

Um den Effect zu zeigen, welcher durch Ausdehnung des gefrierenden Wassers herbeigeführt wird, stelle ich folgenden Versuch an: gusseiserne Hohlcylinder von 160 Mm. Länge und 50 Mm. äusserem Durchmesser bei 15 Mm. Wandstärke werden mit ausgekochtem Wasser gefüllt, mit einer Schraube verschlossen und in eine Kältemischung von 3 Thil. Schnee mit 1 Thl. Kochsalz gelegt. Nach etwa 40 Min. zerspringt der Cylinder in mehrere Stücke unter lebhaftem Knall.

Bedingung zum Gelingen dieses Versuches ist, dass die Schraube sehr gut eingeschnitten ist und die Cylinder mit dem Wasser vor dem Zuschrauben durch Einlegen in Eis auf etwa 0° abgekühlt werden. Das die Kältemischung enthaltende Gefäss (Holzeimer) wird mit einem Handtuch bedeckt, um ein Umherspritzen der Flüssigkeit zu verhindern.

18. F. Holbein: Ueber Conservirung von Thieren in Kreosotwasser.

(Vorgetragen von Hrn. A. Baeyer.)

Es ist schon lange bekannt, dass man das Kreosot zum Conserviren von thierischen Präparaten und von ganzen Thieren benutzen kann, indessen dürften folgende Erfahrungen doch für Zoologen von Interesse sein.