

nicht unbedingt bejaht werden, vielmehr sind die Ergebnisse weiterer Analysen abzuwarten, ehe sich diese Frage als definitiv abgeschlossen betrachten lässt. Da uns noch eine Anzahl prachtvoller und frischer Exemplare, theilweise von neuen Fundorten, zur Verfügung steht, so gedenken wir die Arbeit fortzuführen.

Göttingen, Universitätslaboratorium.

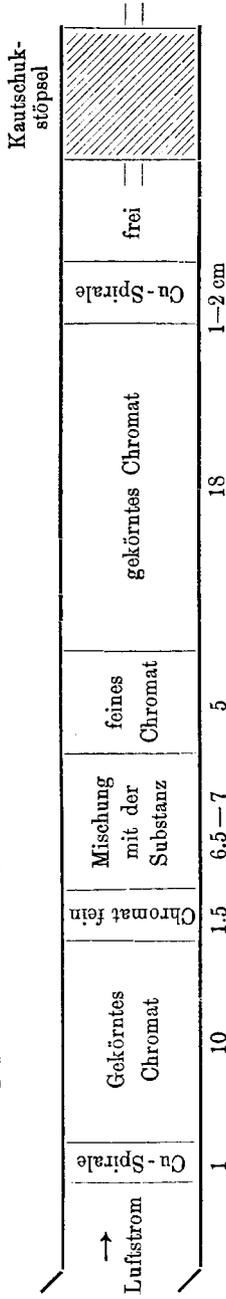
45. P. Jannasch: Ueber eine neue Art der Bestimmung des Wassers in Silikaten, wie in Turmalin, Vesuvian, Glimmer und ähnlichen Mineralien.

(Eingegangen am 24. Januar; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Der Umstand, dass wir zur Bestimmung des Wassers in Mineralien von der chemischen Natur des Turmalins, des Vesuvians u. s. f. nur eine einzige annähernd zuverlässige, aber recht umständliche Methode, diejenige von Sipöcz (cf. vorhergehende Abhandlung) besitzen, veranlasste mich zu einer Reihe von Versuchen zur Auffindung eines bequemeren Verfahrens als das erwähnte. Nach vielen vergeblichen Proben mit Alkalicarbonat, Bleioxyd, Kupferoxyd u. s. w., welche mich alle wenig befriedigten, fand ich schliesslich im Bleichromat eine vorzüglich geeignete Verbindung zur Erreichung meiner Absicht. Durch eine innige Mischung von Bleichromat und dem betreffenden Silicatpulver ist man im Stande, eine vollständige Aufschliessung des Minerals zu bewerkstelligen, der Art, dass sich Bleisilicat bildet und nun alles Wasser in Freiheit gesetzt wird, während gleichzeitig vorhandene Halogene, oder andere saure Gruppen an das Blei gebunden zurückbleiben. So viel mir bekannt ist, sind bereits vereinzelt Bestimmungen in dem obigen Sinne mit Bleioxyd gemacht, indessen niemals für die in Rede stehenden Mineralanalysen in eine allgemein brauchbare Form gebracht worden. Gegen das Bleioxyd spricht besonders sein zu niedriger Schmelzpunkt, bei einer Temperatur, welche wohl schwerlich genügt, um unter ihrer Einwirkung Mineralien von der ungemein grossen Beständigkeit des Turmalins, gewisser Glimmer u. s. w. vollkommen chemisch zersetzen zu können, und bei höherer Glühhitze würde sich die Schmelze mit dem Glase oder dem Porcellan verbinden. Es besitzt das Bleioxyd überhaupt nicht die vortheilhaften Eigenschaften, welche gerade das Bleichromat für den gedachten Zweck so auszeichnen.

Die Art der Ausführung meiner Wasserbestimmungsmethode für Silicate geschieht wie im Folgenden genau beschrieben ist.

Ich benutze hierzu dünnwandige Kaliglasröhren von 10—12 mm im Lichten und gebe ihnen die Form eines kurzen Verbrennungsrohres. Die Länge des Rohrs beträgt 46—47 cm (exclusive Bajonet), die des Bajonets in der Längenausdehnung 12 cm. Das vorherige Ausglühen des Bleichromats, das Trocknen der Röhre, sowie deren Füllung erfolgt genau nach den bei der Elementaranalyse üblichen Regeln. Die Art der Füllung wird wohl am besten aus der beigegebenen Zeichnung verständlich sein:



Die anfänglich mit Vesuvian und Turmalin ausgeführten Bestimmungen gaben keineswegs brauchbare Resultate, dieselben fielen viel zu niedrig aus. Es lag das daran, dass ich das Mineralpulver nicht fein genug genommen und mit zu wenig Bleichromat gemischt hatte, auch war die Glühhitze nicht hoch genug getrieben worden und von kurzer Dauer gewesen. Das sehr feine, zuvor eine Stunde über Chlorcalcium getrocknete Mineralpulver muss mit einer grösseren Menge von ebenfalls feinem Chromat innig gemischt werden, so dass die im Rohr befindliche Schicht des Gemenges mindestens eine Länge von 6.5—7 cm einnimmt. Nachdem man nun das Rohr völlig beschiebt und einen Gang geklopft hat, bringt man dasselbe in einen kurzen Verbrennungssofen mit circa 20 hohe Flammen liefernden Rundbrennern, legt vor das Calciumchloridrohr ein gleichgestaltetes gewogenes Natronkalkrohr und vor dieses noch ein kleines U-förmiges Schutzrohr mit Kalistückchen, Hierauf stellt man die Verbindung des offenen Bajonets mit einem guten Trockenapparat (Kalilauge, concentrirte Schwefelsäure, Kali in Stücken und

gekörntes Chlorcalcium) und einem Luftgasometer her. Indem man nun einen langsamen, wasserfreien Luftstrom (etwa 100 Blasen pro Minute) durch den Apparat leitet, beginnt man mit der Erhitzung, die im Wesentlichen wie bei einer Verbrennung gehandhabt wird. Nachdem die erste Schicht bis fast zur Substanz hin in voller Gluth sich befindet, desgleichen der Endtheil der Röhre, kann man verhältnissmässig rasch die sämmtlichen Flammen öffnen. Die Schicht mit der Substanz muss möglichst stark geglüht werden, der Art, dass dieselbe wie auch das benachbarte Chromat vollkommen zusammenschmilzt. Von dem Zeitpunkte der höchsten Gluth an muss noch mindestens $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{2}$ Stunde so kräftig wie möglich geglüht werden. Während die Hauptmenge Wasser im Chlorcalciumrohr auftritt, beschleunigt man in etwas den Luftstrom (ca. 150 Blasen pro Minute), kehrt aber später wieder zu dem langsamen Strome zurück. Es empfiehlt sich bei dieser Art des heftigen Glühens auf einige Vorsichtsmaassregeln die Aufmerksamkeit zu lenken, weil sonst Fehlerquellen das Resultat beeinträchtigen können; hierzu gehört, dass das Bajonet weit genug aus dem Ofen hervorragt, ebenso wie der vorderste Theil des Rohrs; ein am Anfang des Ofens angebrachter Schuttschirm ist gleichfalls nicht zu entbehren; ferner lasse man die erste vorderste, linksseitig zum Luftstrom befindliche Kachel weg und da, wo die Substanz liegt, decke man eine Kachel über den Ofen; alle übrigen Kacheln müssen aber dicht aneinander gestellt sein. Nach vollendeter Operation werden die Apparate erst nach Verlauf einer Stunde gewogen. Bemerken will ich am Schlusse noch, dass meine Methode nebenbei den schätzenswerthen Vortheil bietet, gleichzeitig eine Kohlensäurebestimmung damit verbinden und so die vorliegende Substanz auf kleine Beimengungen an Carbonaten controliren zu können. Die betreffenden Gewichtszunahmen des vor dem Chlorcalciumrohre befindlichen Natronkalkrohrs fallen ganz genau aus, wie mir viele besondere Bestimmungen zeigten.

Beleganalysen.

I. 0.9891 g Turmalin von Alabaschka lieferten = 0.0338 g Wasser = 3.41 pCt. Der Glühverlust dieses fluorhaltigen Turmalins (0.28 pCt. Fl) ergab = 3.36 pCt.

II. 0.6525 g Turmalin von Mursinsk gaben = 0.0188 g Wasser = 2.88 pCt. Der Glühverlust dieses fluorhaltigen Turmalins (0.51 pCt.) gab 2.58 pCt.

III. 0.8564 g grüner Turmalin von Brasilien gaben = 0.0277 g Wasser = 3.23 pCt. Dieser Turmalin enthielt = 1.15 pCt. Fl und der Glühverlust betrug = 4.27 pCt.

Entsprechend einer sehr sorgfältig ausgeführten Bestimmung nach Sipöcz wurden erhalten von 0.5276 g derselben Substanz = 0.0184 g Wasser = 3.49 pCt.

Göttingen. Universitätslaboratorium.