

538. A. Partheil und J. A. Rose: Eine directe gewichts-analytische Bestimmung der Borsäure.

(Eingegangen am 23. October 1901.)

Borsäure verflüchtigt sich bekanntlich mit den Wasserdämpfen, ebenso mit den Dämpfen des Methyl- und Aethyl-Alkohols. Destillirt man käuflichen Aether über Borsäure, so geht dieselbe ebenfalls mit den Aetherdämpfen über. Von 0.8765 g Borsäure gingen mit etwa 50 ccm Aether 8.62 pCt. der vorhandenen Säure über. Uebergiesst man aber ein gewogenes Quantum Borsäure mit Aether und saugt denselben im Vacuum über Schwefelsäure ab, so wird unter diesen Bedingungen keine Borsäure mit den Aetherdämpfen verflüchtigt.

Im Vacuum über Schwefelsäure verliert Borsäure,  $\text{BO}_3\text{H}_3$ , nicht an Gewicht. In reinem, sorgfältig mit Natrium getrocknetem Aether ist Borsäure fast ganz unlöslich. Nach fünfständigem Rotiren im Ostwald'schen Thermostaten hatten 100 g Aether nur 0.0077 g Borsäure gelöst. Dagegen ist die Löslichkeit der Borsäure in reinem, wassergesättigtem Aether erheblich grösser. 100 g wassergesättigten Aethers lösen 0.188 g Borsäure. Die Bestimmung des Theilungsverhältnisses der Borsäure beim Schütteln gleicher Volume  $\frac{1}{10}$ -norm.-Borsäure und Aether ergab bei  $26^\circ$  den Werth 34.2 : 1.

Auf diese Beobachtungen haben wir ein Verfahren zur gewichtsanalytischen Bestimmung der Borsäure gegründet. Wir bedienen uns dazu des nebenstehend abgebildeten Perforationsapparates, der von der Firma C. Gerhardt, Marquart's Lager chemischer Utensilien in Bonn, zu beziehen ist.

In das spiralförmig gewundene Rohr wird die mit Salzsäure sauer gemachte Borsäurelösung gebracht, die höchstens bis zur Kugel reichen darf; dann giebt man vorsichtig so viel frisch rectificirten Aether binzu, dass die Kugel nahezu mit Aether gefüllt ist, beschickt das gewogene Kölbchen mit etwa 20 ccm des gleichen Aethers und erhitzt nun auf dem Wasserbade oder mit Mikrobrenner auf dem Drahtnetze derart, dass der Aether flott siedet, sodass von dem aus dem Kühler abfliessenden Aether nicht mehr einzelne Tropfen wahrgenommen werden können. Wir pflegen 18 Stunden zu extrahiren, dann das zweite gewogene Kölbchen unterzusetzen und uns durch etwa zweistündige Perforation von der Beendigung der Analyse zu überzeugen. Das Kölbchen wird in einen Vacuumexsiccator über Schwefelsäure gebracht, der Aether



abgesogen, die zurückbleibende Borsäure zum constanten Gewicht getrocknet und als  $H_3BO_3$  gewogen.

Aus einer wässrigen Borsäurelösung, die 0.31015 g der Säure enthielt, wurden 0.3105 g und 0.31025 g Borsäure erhalten.

Eine Boraxlösung lieferte 0.12425 g statt 0.12408 g Borsäure.

Wir haben die Methode zur Analyse der verschiedensten Borsäure enthaltenden Mineralien, wie Boracit, Eisenboracit, Sulfoborit, Borocalcit, Boronatrocalcit, Colemanit, Pandermit, Pinnoit, Lüneburgit, Larderellit, Ludwigit, Homilith, Aninit, Datolith und Turmalin angewendet. Sie ist auch zur Bestimmung der Borsäure in Nahrungsmitteln u. s. w. verwendbar.

Die Borsäurelösung darf weder Schwefelsäure, noch Phosphorsäure, Salpetersäure oder grössere Mengen von Eisen enthalten. Bei anderer Gelegenheit beobachteten wir, dass auch Zinkchlorid in den Aether übergeht. Dass arsenige Säure einer wässrigen Lösung mit Aether entzogen werden kann, hat Selmi<sup>1)</sup> schon früher berichtet. Alle diese Stoffe lassen sich aber leicht vermeiden oder beseitigen.

Die Reinheit der zur Wägung gebrachten Borsäure lässt sich überaus leicht controlliren. Man braucht sie nur durch mehrmals wiederholtes Abdampfen mit reinem Methylalkohol zu verjagen und kann dann einen etwaigen nichtflüchtigen Rückstand trocknen, wägen und von dem Resultat in Abzug bringen. Wir werden demnächst anderen Ortes ausführlich über diese einfache und elegante Methode berichten, welche gestattet, die Borsäure mit kaum mehr Mühe gewichtsanalytisch zu bestimmen als sie eine Fettbestimmung verursacht.

Bonn, im October 1901.

### 539. Adolf Baeyer und Victor Villiger:

#### Ueber die basischen Eigenschaften des Sauerstoffs.

[Zweite Mittheilung, aus dem chem. Laboratorium der Akademie der Wissenschaften zu München<sup>2)</sup>.]

(Eingegangen am 30. October 1901.)

In der theoretischen Einleitung unserer ersten Mittheilung über die basischen Eigenschaften des Sauerstoffs befinden sich zwei irrthümliche Angaben, die wir berichtigen müssen.

Wir haben in dem Abschnitt »Salze der doppelten Kohlenstoffbindung« gesagt, »es schiene der Fall zu sein, dass die doppelte

<sup>1)</sup> Gazz. chim. Ital. X, 431.

<sup>2)</sup> Erste Mittheilung: Diese Berichte 34, 2679 [1901].