

Die chemische und physiologische Bearbeitung des Isoleucins behalte ich mir nach jeder Richtung hin vor, und ich hoffe, demnächst über die Constitution dieser in vielfacher Beziehung interessanten Substanz berichten zu können.

Berlin N., Institut für Zuckerindustrie.

278. M. Dittrich: Ueber Filtriren und Veraschen von schleimigen Niederschlägen.

(Eingegangen am 21. April 1904.)

Gar oft kommt es vor, dass gelatinöse Niederschläge und besonders solche, welche beim Kochen schleimig geworden sind, wie Aluminium- und Eisen-Hydroxyd, allmählich nur ganz langsam filtriren und schliesslich sogar infolge Uebergang in die colloïdal-lösliche Form trüb durch das Filter laufen. Eine Beschleunigung des Filtrirens durch Anwendung der Saugpumpe ist nicht zu empfehlen, da sich dabei in dem Niederschlage leicht Kanäle bilden können, durch welche das Waschwasser ohne auszuwaschen rasch abläuft. Die erwähnten Uebelstände lassen sich wesentlich herabmindern, wenn man vor dem Filtriren dem Niederschlage Filtrirpapier, welches durch heftiges Schütteln mit Wasser im Reagensglase zu Brei zerkleinert ist, zusetzt; (je nach der Menge des Niederschlages genügt ein Filter von 7—11 cm Durchmesser, Schleicher & Schüll, Nr. 589). Das Filtriren und Auswaschen geht dann äusserst rasch von statten, da jetzt der Niederschlag nicht mehr direct an den Filterwänden festklebt und dadurch die Poren verstopft, sondern durch die darin fein vertheilte Filtermasse aufgelockert ist, welche ein Zusammenkleben des Niederschlages verhindert. Beim Veraschen derartiger Niederschläge ist darauf zu achten, dass die Filter vollständig verbrennen, was manchmal erst nach mehrmaligem vorsichtigen Umschütteln zu erreichen ist.

Der erhaltene Glührückstand besteht nicht wie sonst gewöhnlich aus wenigen, dicken, harten Bröckchen, sondern aus einem äusserst feinen Pulver. Wichtig ist es ferner, dass Eisenhydroxydniederschläge nicht erst getrocknet zu werden brauchen, sondern direct nass im Platintiegel verascht werden können, ohne dass dabei eine Reduction zu befürchten ist. Das Gewicht des vor dem Bunsenbrenner einige Zeit geglühten Eisenoxyd-Niederschlags ändert sich nicht mehr, auch nicht nach Befeuchten mit concentrirter Salpetersäure und Verdampfen derselben; ein Zeichen, dass eine Reduction des Eisen-Oxydes zu -Oxydul

oder gar zu metallischem Eisen durch die Filtertheilchen nicht stattgefunden hat.

Hr. Dr. R. Pohl hatte die Güte, in reinem Mohr'schen Salz, $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_3 + 6\text{H}_2\text{O}$, das Eisen nach dieser Methode zu bestimmen:

1.1251 g Mohr'sches Salz gaben, nach Oxydation mit Wasserstoffsperoxyd bei Gegenwart von Salzsäure durch Ammoniak gefällt und unter Zugabe eines zerkleinerten 11 cm Filters filtrirt, 0.2303 g Fe_2O_3 ; berechnet 0.2294 g.

Wenn man einen gelatinösen Niederschlag, z. B. Aluminiumhydroxyd, zur Entfernung anhaftender Beimengungen (Alkalien u. s. w.) wieder lösen und dann noch einmal fällen muss, spritzte man ihn bisher sorgfältig vom Filter ab und zog die Filter selbst mit Säure gut aus, da eine directe Lösung des Niederschlages auf dem Filter mit heisser Salzsäure sich als unmöglich erwies, oder man kochte das Filter zusammen mit dem Niederschlage mit Säure aus, filtrirte aber dann von den äusserst feinen Filtertheilchen ab, welche wegen ihrer Feinheit meist das Filter verstopften und das Filtriren erschwerten.

Auch hier schafft die erwähnte Beimengung von Filtermasse wesentliche Vortheile. Man braucht dabei nicht erst ein neues Stück Filtrirpapier hinzuzufügen, sondern giebt das oder die mehrere Male ausgewaschenen Filter sammt Niederschlag in das eben benutzte Becherglas zurück, übergiesst mit mässig starker Säure und kocht alles, sodass sich dadurch der Niederschlag löst und gleichzeitig die Filter zu einem gröblichen Brei zerfallen, welcher die gleichen Wirkungen wie oben das zugesetzte Filtrirpapier hat. Diese, freilich dem Auge des quantitativen Chemikers nicht gerade angenehm erscheinende trübe Flüssigkeit fällt man jetzt mit dem betreffenden Reagens (meist Ammoniak), filtrirt und kann nun den Niederschlag leicht auswaschen.

Für die Trennung von Eisen und Thonerde durch Schmelzen mit Aetznatron ist die Zugabe von Filtrirpapier beim Veraschen der Filter ebenfalls von grossem Vortheil. Durch die auf diese Weise erzielte feinpulvrige Beschaffenheit der nur schwach geglühten Oxyde sind diese von dem schmelzenden Aetznatron äusserst leicht angreifbar, und die Schmelze lässt sich in viel kürzerer Zeit durchführen, als wenn man wie früher beim Veraschen dicke Bröckchen von Eisen- und Aluminium-Oxyd erhalten hat.

Vielfach muss man in derartigen Niederschlägen, nachdem man das Gesamtgewicht nach scharfem Glühen festgestellt hat, noch einzelne in geringen Mengen vorhandene Bestandtheile bestimmen. So ist in Gesteinsanalysen, wenn man die Trennung von Eisen und Thonerde durch die Natronschmelze ausgeführt hat, bei der Thonerde auch noch die im Gestein etwa vorhandene gesammte Phosphorsäure zu finden. Diese bezw. das Aluminiumphosphat lässt sich durch mässig starke Salpetersäure ausziehen, und in dem Auszug kann man dann

nach der Molybdänmethode die Phosphorsäure bestimmen. Verascht man jedoch nach der bisher üblichen Weise, d. h. ohne Filterbeimengungen, so erhält man nach dem Glühen harte, derbe Stücke von Aluminium-Oxyd und -Phosphat, aus welchen durch Salpetersäure ohne weiteres nicht alles Phosphat ausgezogen werden kann. Man muss den Glührückstand deshalb vorher im Achatmörser¹⁾ auf's feinste pulvern, wieder glühen, von neuem wägen und kann ihn jetzt erst mit Salpetersäure kochen. Durch die Beimengung der Filtertheilchen erhält man den Thonerdeniederschlag auch nach dem schärfsten Glühen vor dem Gebläse so fein aufgelockert, dass man ihn mit einem Glasstab zu feinstem Pulver zerdrücken kann. Man hat nur nöthig, ihn quantitativ mittels Federfahne in ein Becherglas überzuführen und dort mit Salpetersäure weiter zu behandeln.

Hrn. Dr. R. Pohl verdanke ich eine derartige Analyse:

0.1040 g reinstes Aluminiumblech, entsprechend 0.1961 g Al_2O_3 , und 0.0198 g Phosphorsalz $\text{Na}(\text{NH}_4)\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, entsprechend 0.0067 g P_2O_5 , gaben nach dem Lösen in Salzsäure, Fällen mit Ammoniak und Zugabe eines 11 cm-Filtern beim Filtriren einen Glührückstand ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{AlPO}_4$) von 0.2016 g, ber. 0.2028 g. Darin konnten, wie oben angegeben, 0.0096 g $\text{Mg}_3\text{P}_2\text{O}_7 = 0.0061 \text{ g } \text{P}_2\text{O}_5$ bestimmt werden; nach Abzug dieser Zahl von der Gesamtsumme (0.2016 g) verbleibt für $\text{Al}_2\text{O}_3 = 0.1955 \text{ g}$. Beide Zahlen stimmen mit den angewandten Mengen sehr gut überein.

Ebenso mühsam war es, den Eisenoxyd-Niederschlag, welcher gewöhnlich noch Titansäure enthält zur Bestimmung der Letzteren durch Schmelzen mit saurem Kaliumsulfat in Lösung zu bringen. Auch hier mussten die beim Glühen erhaltenen dicken Bröckchen erst fein gepulvert, geglüht und wieder gewogen werden, ehe man an die Schmelze gehen konnte, und trotzdem war es oft nothwendig, nach dem Lösen der Schmelze unangegriffene Theilchen abzufiltriren und nochmals zu schmelzen. Giebt man dem Eisenhydroxydniederschlage jedoch vor dem Filtriren Filtermasse, wie beschrieben, hinzu, so bildet das geglühte Eisenoxyd ein feines, äusserst leicht angreifbares Pulver, welches sicher durch einmaliges Schmelzen mit Kaliumhydrosulfat in Sulfat übergeführt werden kann.

Auch für andere, hier nicht aufgeführte Fälle dürfte sich die Filterbeimengung zu den zu filtrirenden Niederschlägen als sehr zweckmässig erweisen.

Heidelberg, Laboratorium des Verfassers.

¹⁾ Vergl. Jannasch, Prakt. Leitfaden zur Gewichtsanalyse, II. Aufl., S. 314.