

# Zeitschrift für angewandte Chemie.

1890. Heft 8.

## Zur Analyse des Natriumaluminats.

Von

G. Lunge.

Das Natriumaluminat, welches unter Anderem auch in der Seifenfabrikation verwendet wird, um Thonerde als Füllmittel in der Seife zurückzulassen, wird auf seinen Werth wohl meist durch gewichtsanalytische Bestimmung der Thonerde und des Natrons untersucht, wobei auch diejenige des unlöslichen Rückstandes und der (als Silicat anwesenden) Kieselsäure nicht zu umgehen ist. Wenn die Menge der Kieselsäure nur unbedeutend ist, so kann man für technische Zwecke ganz gut folgende sehr schnelle Methode anwenden. Man löst eine gewisse Menge Natriumaluminat auf ein bestimmtes Volum auf, wobei man natürlich, wenn man will, den unlöslichen Rückstand bestimmen kann, pipettirt bestimmte Mengen heraus, setzt Phenolphalein zu und titriert mit Normalsalzsäure bis zum Verschwinden der Färbung; hierdurch erhält man das an Thonerde (bez. Kieselsäure) gebundene Natron. Nun setzt man zu derselben Flüssigkeit einen Tropfen Methylorangelösung und titriert weiter, bis die vorher gelbe Flüssigkeit bleibend roth geworden ist. Der Farbenübergang findet ziemlich langsam statt; es empfiehlt sich daher, einen Vorversuch zu machen, bei dem man ganze cc auf einmal zusetzt, und dann einen zweiten Versuch, bei dem man gleich beinahe die ganze nötige Menge Salzsäure auf einmal, das Übrige tropfenweise zusetzt. Wenn die rothe Farbe 5 Minuten stehen geblieben ist, kann man das Ende der Reaction annehmen. Man hat jetzt auch die Thonerde bestimmt, indem der Indicator erst dann bleibend roth wird, wenn alle Thonerde in Aluminiumchlorid übergegangen und schon ein Überschuss von freier Salzsäure vorhanden ist.

Folgende, von Herrn Herm. Rey ausgeführte Analysen mögen die Brauchbarkeit der Methode belegen.

Ein Muster von französischem Natriumaluminat hatte bei der Gewichtsanalyse ergeben:

Unlös. Rückstand	1,72 Proc.
Kieselsäure ( $SiO_3$ )	0,41 -
Thonerde ( $Al_2O_3$ )	25,92 -
Natron ( $Na_2O$ )	26,42 -

Eisen: unbestimmbare Spur.

Titrationen (19,5207 g in 1 l Wasser gelöst):  
10 cc brauchen zur Entfärbung von Phenolphalein an  $\frac{1}{5}$  N.-Salzsäure (Factor 100,4):

$$\begin{aligned} 1) 8,80 \text{ cc} \\ 2) 8,29 \text{ cc} \end{aligned} \} = 26,42 \text{ Proc. } Na_2O.$$

Nach Zusatz von Methylorange weiter titriert, im Ganzen:

$$\begin{aligned} 1. & 23,61 \\ 2. & 23,50 \\ 3. & 23,68 \\ 4. & 23,61 \\ \hline \text{Mittel} & 23,60 \\ \text{ab für } Na_2O & 8,30 \\ \hline 15,30 \text{ cc.} \end{aligned}$$

Wenn wir für die gefundene Kieselsäure, dieselbe als Orthosilicat berechnend, 0,32 cc abziehen, so hinterbleibt: 14,98 cc für Thonerde = 26,08 Proc., gewichtsanalytisch gefunden: 25,92 Proc. Die Übereinstimmung beider Methoden ist durchaus genügend, und erweist, dass man für praktische Zwecke die beschriebene Titrationsmethode sehr gut anwenden kann; doch ist sie selbst hier nur bei geringen Kieselsäuremengen brauchbar, und muss bei grösseren Mengen von Natriumsilicat die Gewichtsanalyse eintreten.

## Über die Herstellung von Gasreduktionsröhren im fertigen Zustande.

Von

G. Lunge.

Im Anschlusse an meine Mittheilung über das „Gasvolumeter“ in Heft 5. d. Z. möchte ich noch angeben, wie man das zu diesem Instrument gehörige „Reduktionsröhre“ (welches im Übrigen natürlich auch für ein gewöhnliches „Reduktionsinstrument“ dienen kann) in den Apparatenhandlungen gleich fertig und zum Versand bereit herstellen kann, so dass dem Käufer auch die erste Einstellung des Gasvolums nach Thermometer und Barometer erspart bleibt. Ein

Chemiker wird sich wohl dieser etwas weitgetriebenen Bequemlichkeit nur ausnahmsweise bedienen; aber zum Gebrauche des Gasvolumeters für Cementsfabrikanten (für  $\text{CO}_2$ ), Käufer von schwefelsaurem Ammoniak (für N), Bleicher und Färber (für Cl), Ärzte (für Harnproben) und in manchen anderen Fällen dürfte doch häufig ein solches ganz fertiges Instrument wünschenswerth sein.

Der naheliegendste Gedanke wäre wohl der, das Reductionsrohr nach erfolgter Einstellung oben zuzuschmelzen und unten durch einen Quetschhahn auf dem Kautschukrohr, oder aber durch einen besonders dazu am Rohre angebrachten Glashahn abzuschliessen. Aber dies scheint doch nicht genügende Sicherheit für vollständige Dichtheit während des Transports zu gewähren, und wird man sich doch nur auf beidseitig zugeschmolzene Röhren verlassen können. Die Apparathandlungen können nun, wie ich mich überzeugt habe, solche fertige Instrumente leicht in folgender Weise herstellen.

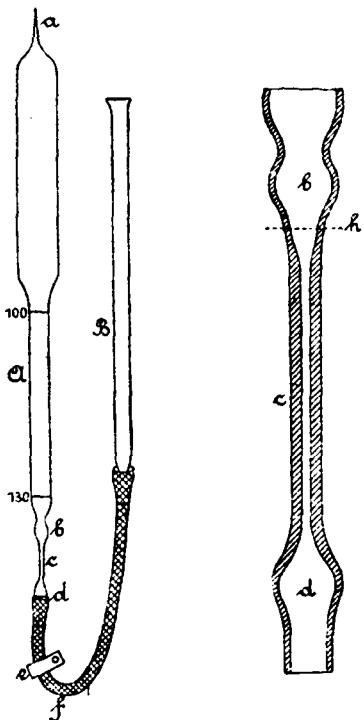


Fig. 93.

Fig. 94.

Man benutzt dazu Röhren von beistehend in Fig. 93 bei *A* gezeichneter Gestalt. Sie sind oben zu einer etwas dickwandigen, aber immerhin noch schnell zuschmelzbaren Capillare *a* ausgezogen, und unten, unterhalb der zum späteren Aufstreifen des Kautschuk-schlauches bestimmten Anschwellung *b* in eine etwa 5 cm lange dickwandige Capillare *c* verlängert, welche schliesslich in ein kurzes weiteres Stück *d* übergeht. Fig. 94 zeigt

alles dies in natürlicher Grösse. Das Rohr *A* wird, wie in Fig. 93 gezeigt, mit einem Niveaurohr *B* verbunden und Quecksilber eingegossen, so wie auch in *A* ein kleines Tröpfchen Wasser (für Messungen von trocknen Gasen aber ein Tropfen Schwefelsäure) eingeführt, jedoch nicht so viel, dass die Quecksilberkuppe dadurch bedeckt würde. Nun beobachtet man das Barometer und ein dicht bei *A* aufgehängtes Thermometer und berechnet nach der Formel:

273 (B-f) für feuchte oder  $\frac{273}{(273+t)} 760$  für  
 $\frac{273}{(273+t)} 760$  für trockne Gase, oder aber nach einer der dafür aufgestellten Tabellen, wieviel zur Zeit ein Volum trockner Luft von  $0^{\circ}$  und 760 mm Druck im feuchten (bez. trocknen) Zustande einnehmen würde. Gesetzt, dies sei z. B. 112,3 cc. Nun stellt man das Rohr *B* so, dass die Quecksilberkuppe auf 112,3 steht, schiebt (um Erwärmung durch die Lampe zu verhüten) ein durchbohrtes Stückchen Asbestpappe über *a* und schmilzt die Capillare zu. Man wartet einige Minuten, um sich zu überzeugen, ob das Quecksilber auf 112,3 cc und im gleichen Niveau mit *B* stehen bleibt; wenn nicht, so muss man *a* wieder öffnen, nochmals auf die richtige Höhe einstellen und vorsichtiger zuschmelzen.

Jetzt klemmt man den Schlauch unterhalb *d* mit einer starken Klemme zusammen (ein gewöhnlicher Bürtten-Quetschhahn genügt hierzu nicht), schüttet das Quecksilber unterhalb der Klemme aus, schneidet den Schlauch ziemlich dicht darunter (etwa bei *f*) ab, und schmilzt schliesslich die Capillare *c* ab.

Dies geht sehr gut an, wenn man  $A$  bei-  
nahe horizontal hält, um den Quecksilber-  
druck zu verringern, das Rohrstück  $c$  unter  
fortwährendem Drehen in einer kleinen  
Flamme anwärmst und zuletzt durch etwas  
stärkeres Erhitzen und etwas Ziehen ab-  
schmilzt. In  $c$  kommt nämlich die minime  
dort befindliche Menge Quecksilber ins  
Kochen, so dass die Capillare leer wird und  
äusserst leicht zugeschmolzen und abgezogen  
werden kann, ohne dass eine Spur Luft in  
das Innere von  $A$  dringen kann. Das In-  
strument ist nun fertig und wird am besten  
zum Schutz für den Versand mit kleinen  
über  $a$  und  $c$  gestreiften Kautschukröhren  
versehen.

Nach der Ankunft am Gebrauchs-  
orte wird folgendermassen verfahren. Man  
stellt das Gasvolumeter vorläufig zusammen,  
aber ohne das Reductionsrohr (Fig. 95). Der  
für dieses bestimmte Schlauch *g* wird auf-  
recht gehalten und in das Niveaurohr *B* so-

viel Quecksilber eingegossen, dass dasselbe bis zur Mündung von *g* steigt. Nun macht man am oberen Ende der Capillare, in dem schon erweiterten Theile, wie es in Fig. 2 bei *h* durch die punktirte Linie angezeigt ist, einen Feilstrich, steckt das Reductionsrohr mit Vermeidung von Luftbläschen in den Schlauch *g* hinein, bis über die Anschwellung *b* hinaus, und bricht mittels einer Flachzange durch den Schlauch hindurch die Capillare bei *h* ab. Würde man dies zu weit unten, an dem engen Theil von *c* thun, so würde beim Gebrauche die Bewegung des Quecksilbers allzusehr verzögert werden.

Anstatt ein Reductionsrohr mit oben zugeschmolzener Spitze und mit Eintheilung von 100 bis 130 cc anzuwenden, ist Herr Assistent Rey auf die Idee gekommen, ein

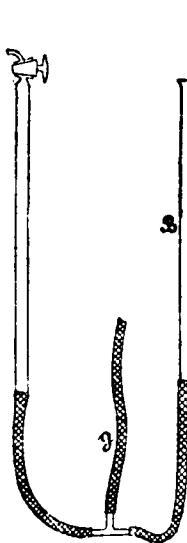


Fig. 95.



Fig. 96.

von vornherein oben mit einer Kugel abgeschlossenes Rohr von etwa 130 cc Inhalt, mit einer bei 100 cc angebrachten Marke, über Quecksilber auf den Siedepunkt des Wassers zu erhitzen, unter Austritt der durch Ausdehnung überflüssig werdenden Luft; da hier die Temperatur eine constante ist, so lässt sich aus dem Barometerstand und dem Inhalt des Gefässes die Druckhöhe berechnen, bei der das Rohr das richtige Volum Luft enthält. Diese, in der nächsten Mittheilung von Herrn Rey selbst beschriebene Methode zur Herstellung fertiger Reductionsrohren kann natürlich ebenso gut wie die von mir soeben beschriebene von den Apparatenhandlungen angewandt werden.

Anhangsweise sei noch erwähnt, dass statt der bisher üblichen Nitrometer (oder

der jetzigen Gasvolumeter), welche entweder von 0 bis 50, oder 0 bis 100, oder 100 bis 130 u. s. w. eingetheilt sind, auch die in Fig. 96 skizzirte Form gewählt werden kann, wo das Rohr oben enger und in 0 bis 50 cc getheilt ist, sich dann erweitert, und unten wieder in 100 bis 130 cc getheilt ist. Ein solches Instrument lässt sich gleich gut zur Messung kleinerer und grösserer Gasvolumen, also z. B. für Nitrose und für Salpeter, anwenden, ohne eine unhandliche Länge zu bekommen. Kommt man bei einem Versuche zufällig in die ungetheilte Strecke von 50 bis 100 cc, so muss man einen neuen Versuch mit etwas mehr oder weniger Substanz machen; für gewöhnlich wird man schon vorher wissen, wie man sich einzurichten hat.

#### Vorschlag zur Füllung des Lunge'schen Gasreduktionsinstrumentes.\*)

Von

Herrn Rey.

Das zu füllende Instrument *A* (Fig. 97) trägt unter der Erweiterung eine Marke, bis zu der es 100 cc fasst; ausserdem ist sein Gesamtvolumen bekannt. Sei es für trockene oder feuchte Gase bestimmt, so muss es mit trockener Luft gefüllt werden, worauf es in das Gefäss *B* gestellt wird, in dem sich eine Quecksilberschicht befindet, deren Höhe *h* aus unten stehender Tabelle zu ersehen ist. Das Ganze wird nun in aus der Zeichnung ersichtlicher Weise auf die Siedetemperatur des Wassers erwärmt; wenn die Temperatur constant geworden ist, d. h. wenn keine Gasblasen mehr aus *A* austreten, lässt man erkalten, wobei Quecksilber in das Instrument hineinstiegt, das nun eine solche Menge Luft enthält, dass ihr Volumen bei  $0^{\circ}$  und 760 mm Barometerstand = 100 cc betragen würde. Ist das Instrument für feuchte Gase bestimmt, so lässt man mit dem hineindringenden Quecksilber ein Tröpfchen Wasser mit aufsteigen. Besitzen mehrere zu füllende Instrumente das gleiche Volumen, so können sie alle zugleich in das Gefäss *B* eingestellt



Fig. 97.

\* Vgl. vorstehende Mittheilung.