

Löthrohrbeschläge auf Glas.

(Mit Taf. VII, Fig. 4—10.)

XVII. Löthrohrbeschläge auf Glas.

Von

V. Goldschmidt in Heidelberg.

(Hierzu Tafel VII, Fig. 4—10.)

Bei Löthrohr-Untersuchungen werden Beschläge auf Kohle geblasen. Die Kohle ist zum Hervorbringen der Beschläge eine vortreffliche Unterlage, nicht so zum weiteren Untersuchen derselben. Mit Hilfe des Taf. VII, Fig. 4 dargestellten Apparates (Kohlenhalter) kann man die gleichen Beschläge auf Glasplättchen erzeugen.

Beschreibung und Anwendung des Apparates *). Ein prismatisches Stück Holzkohle *K* wird in dem Halter zwischen die Backen *MM* und die Schraube *S* festgeklemmt. Dagegen wird ein kurzes Stück Holzkohle *k* mit dem Haken *h* angepresst. *h* wird durch die Feder *f* angezogen und durch Drücken auf den Knopf *N* gelöst. *k* hat eine schiefe Fläche, die man durch Reiben auf Schmirgel- oder Gaspapier anschleift. In die schiefe Fläche macht man eine kleine Vertiefung *v* zum Einlegen der Probe.

Auf *K* legt man ein Glasplättchen *G* z. B. einen Objectträger (eventuell ein grösseres Deckgläschen oder ein Glimmerstück), bringt die Probe in die Vertiefung *v* und bläst eine Flamme darauf. Es legen sich sublimirte Theile als Beschlag auf das Glas. Alle Beschläge, die man sonst auf Kohle macht, lassen sich so auf Glas herstellen. Um das Springen des Glases zu verhüten, erwärmt man es über der Spiritusflamme, bis das sich aus der Flamme anlegende Wasser wieder verschwunden ist. Nach dem Gebrauch reinigt man das Kohlenstückchen *k* durch Reiben auf Schmirgelpapier, das Glas durch Abwaschen. Zum Blasen der Beschläge ist eine Spirituslampe der Oellampe häufig vorzuziehen, da sie nicht russt.

*) Den Apparat (Kohlenhalter) liefert der Mechaniker P. Stoß in Heidelberg (Jubiläumplatz 70) in guter Ausführung zum Preise von 4 Mk. 50 Pf. Derselbe versendet nach Wunsch auch die dazu gehörigen langen und kurzen Kohlen und Glasplättchen.

Vortheile. Dunkle Beschläge heben sich auf weissem Hintergrund ebensogut ab, wie helle auf schwarzem. So kann man durch Wahl des Hintergrundes die Farben besser wahrnehmen. Der Hauptvorzug ist jedoch, dass die Glasbeschläge sich weiter untersuchen lassen.

Untersuchung der Beschläge. Viele Beschläge unterscheiden sich nicht durch den Anblick nach Farbe oder sonstigen Eigenthümlichkeiten. So besonders die weissen. Sie lassen sich aber auf dem Glas manichfach weiter untersuchen. Die wichtigsten Arten der Untersuchung dürften folgende sein:

- 1) Ansehen unter dem Mikroskop.
- 2) Prüfen auf Flüchtigkeit, Schmelzbarkeit.
- 3) Umkrystallisiren durch Sublimation.
- 4) Prüfung auf Löslichkeit in Wasser, Säuren, Alkalien, Krystallisiren beim Eintrocknen dieser Lösungen.
- 5) Prüfen mit Reagentien. Makro- und mikrochemisch.
- 6) Abwischen des Beschlags. Reduciren mit oxalsaurem Kali oder Soda.

Um die Manichfaltigkeit der Erscheinung zu illustriren, mögen einige Beispiele folgen.

ad. 1. **Ansehen unter dem Mikroskop.** Nach Bedarf im polarisirten Licht.

Beispiele:

Arsenverbindungen, z. B. Arsenkies, weisser Beschlag aussen erdig, innen Oktaëder. Wärmt man das Glas vor, so fallen die Kryställchen grösser aus (s. Fig. 6 Taf. VII). Bei starker Hitze setzt sich am inneren Ende ein Theil der arsenigen Säure in Tröpfchen an, die unter Beihaltung der Tropfenform erstarren. Sie sind weniger flüchtig als die Kryställchen.

Antimonverbindungen, z. B. Antimonglanz. Auf der Kohle um die Probe Oktaëder (Senarmontit) und rhombische Nadeln (Valentinit). Auf dem Glas erdiges oder krystallinisches Pulver, am inneren Rand oft dicht aufeinander-sitzende Oktaëder.

Bleiverbindungen, z. B. Cerussit. Gelber erdiger Beschlag, am inneren Rand oft Blättchen gelber Glätte, darauf manchmal ziegelrothe Kryställchen und Körnchen von rother Glätte.

Molybdänverbindungen, z. B. Molybdänglanz. Weisser pulveriger Beschlag, am inneren Rand Krystallnadeln von Molybdänsäure.

Chlorkupfer (Atakamit). Weisser Beschlag, innen flach aufliegende Krystallstäbchen, aussen pulverig (Nantokit). Beim Liegen an der Luft wird der Beschlag theilweise grün. Es bilden sich nadelförmige Krystalle von Atakamit (s. Fig. 7). Die breiten aufsitzenden Krystalle machen die Umwandlung von aussen nach innen durch. Ein hübsches, leicht verfolgbares Beispiel von Pseudomorphosenbildung.

Quecksilberverbindungen, z. B. Zinnober (in Oxydationsflamme). Grauer Beschlag aus lauter Kügelchen von Quecksilber bestehend. Beim Stehen vereinigen sich viele Kügelchen zu grösseren Kugeln.

Kalialaun, nach Austreiben des Wassers innen weisser Beschlag von schwefelsaurem Kali, aussen ölige Tröpfchen von Schwefelsäure.

Thallium. Weisser Beschlag von Thalliumoxyd, aussen braun. Schmilzt vor der Flamme und krystallisirt in Büscheln und sechsseitigen Tafeln aus (Fig. 10, Taf. VII).

ad 2. **Prüfen auf Flüchtigkeit und Schmelzbarkeit und Veränderung durch die Flamme.**

ad 3. **Umkrystallisiren durch Sublimation.**

Beispiele:

Arsenige Säure verflüchtigt sich beim Erhitzen des Glasträgers über der Spiritusflamme. Sie kann auf ein zweites Glas übersublimirt werden*). Das Sublimat besteht wieder aus Oktaedern.

Quecksilber. Mit anderen Sublimaten z. B. dem weissen Antimonbeschlag gemischt, bildet bisweilen nicht deutliche Tropfen. Man kratzt den Beschlag zusammen und sublimirt. Die Tröpfchen erscheinen nun deutlich.

Molybdänsäure. Der weisse Beschlag wird durch Berühren mit einer schwachen Reduktionsflamme tief blau; durch schwache Oxydationsflamme wieder weiss. Der Versuch gelingt auch auf Kohle, doch ist das Blau auf dem Glas deutlicher, besonders über weisser Unterlage.

Tellurige Säure. Der weisse Beschlag schmilzt vor einer starken Oxydationsflamme zu Tröpfchen, die glasig erstarren (Fig. 8, Taf. VII).

Zum Erhitzen der Gläser sowie zur Sublimation eignet sich eine Doppelzange (Fig. 5, Taf. VII). Durch das seitliche Fassen sowie das Nachgeben der Zangenarme ist ein freies Ausdehnen des Glases ermöglicht und dadurch das Springen verhindert.

ad 4. **Löslichkeit in Wasser, Säuren, Alkalien, Krystallisiren beim Eintrocknen der Lösungen.**

Beispiele:

Chlornatrium, Chlorkalium. Weisser Beschlag. Setzt man in Tröpfchen Wasser zu, so löst sich der Beschlag und krystallisirt beim Eintrocknen. Es bilden sich Wachstumsgealten des regulären Systems, daneben Würfel und Pyramidenwürfel (s. Fig. 9).

Schwefelsaures Kali. Ebenso. Es bilden sich sechsseitige Täfelchen, Stäbchen und Nadeln.

Zinkbeschlag. Weiss. In einem Tröpfchen Salzsäure gelöst beim Eintrocknen über der Flamme krystallisirt in Nadeln und radialstengligen Aggregaten. Zerfließt an der Luft.

Chlorkupfer. Der Beschlag in einem Tropfen Ammoniak gelöst, scheidet beim Eintrocknen blaue Kryställchen ab.

ad 5. **Prüfung mit Reagentien.**

a. **Makrochemisch. Farbenänderung.**

Beispiele:

Schwefelnatrium (Schwefelleber) dem Schwefelammon und Schwefelwasserstoff meist vorzuziehen, weil es in fester Form sich unverändert leicht aufbewahrt.

*) Preis bei P. Stoë in Heidelberg 2 Mk.

Im Gebrauch eine kleine Menge in Wasser gelöst auf den Beschlag gesetzt. Es werden die Beschläge von

Arsen, Cadmium gelb, **Antimon** rothgelb, **Blei**, **Chlorkupfer**, **Tellur**, **Molybdän** schwarz, **Zink**, **Zinn** unverändert u. s. w.

Ferrocyankalium als Reagens fest aufbewahrt.

Beschlag von **Chlorkupfer** wird braunroth.

b. Mikrochemisch. Krystallisationen unter dem Mikroskop.

Die Beschläge sind vorbereitet für die manichfachen mikrochemischen Untersuchungen, wie sie von Streng, Behrens, Haushofer, Renard, O. Lehmann u. A. ausgearbeitet sind.

Krystallogenetische Beobachtungen. Die Beschläge selbst als Sublimationsproducte, die Neubildungen daraus durch Umsublimiren und Umkrystallisiren mit Lösungsmitteln und Reagentien, die Umsetzung fertiger Krystalle (Pseudomorphosen) gewähren bei mikroskopischer Beobachtung manche Einblicke in die Bildungsweise der Krystalle.

Zur Erkennung kommen freilich nur solche Stoffe, die vor dem Löthrohr sublimirt werden können. Oft kann man jedoch Stoffe durch geeignete Zusätze in eine flüchtige Form bringen. Es wird die Aufgabe des Ausbaues dieser Untersuchungsmethode sein, für die verschiedenen Körper geeignete Verflüchtigungsmittel zu finden. Nicht bei allen wird dies gelingen, aber bei vielen.

Die Fig. 6—10, Taf. VII geben Beispiele von der Eigenart und Manichfaltigkeit der Beschläge.

Zusatz von Herrn A. Streng in Giessen.

Als Herr Goldschmidt die Güte hatte, mir seine vortreffliche, hier beschriebene Untersuchungsmethode zu zeigen, erkannte ich sofort, welcher manichfaltigen Anwendung sie fähig sei. Zunächst dachte ich an die Bestimmung des Zinks vor dem Löthrohr, die nicht ganz leicht ist, da auch andere Körper weisse Beschläge geben und die gelbe Farbe des Zinkbeschlags nur in der Hitze sichtbar ist, durch die Asche der Kohle aber oft verdeckt wird. Nun giebt es eine sehr scharfe mikrochemische Methode zur Bestimmung der ganzen Magnesiumgruppe, nämlich des *Mg*, *Zn*, *Fe*, *Mn*, *Cu*, *Co* und *Ni*, welche sämmtlich durch Versetzen mit essigsauerm Uranylatrium und mit essigsauerm Uranyl die auf S. 75 der Anleitung zum Bestimmen der Mineralien von Fuchs, 3. Auflage abgebildeten Krystalle geben. Zur Erkennung der genannten Metalle kann diese Methode jedoch nicht benutzt werden, weil alle diese Metalle die gleiche Reaction geben. Da aber das Zink von dieser Gruppe der einzige vor dem Löthrohr flüchtige Körper ist, der einen weissen Beschlag giebt, so würde die Reaction, angewandt auf den nach Goldschmidt's Methode dargestellten Zinkbeschlag

auf Glas eine vortreffliche Methode zur qualitativen Bestimmung kleiner Mengen von Zink sein.

Das Verfahren wäre folgendes: der weisse Zinkbeschlag auf Glas wird in Essigsäure gelöst. Nach Zusatz von sehr wenig essigsauerm Uranyl-Natrium löst man dieses auf und fügt in der Mitte des Tropfens etwas festes reinstes Uranylacetat zu und lässt langsam verdunsten. Bei Anwesenheit von Zink entstehen rings um das Uranylacetat die rhomboëdrischen Krystalle von $Na C_2 H_3 O_2 \cdot UO_2 \cdot C_4 H_6 O_4 + Zn C_4 H_6 O_4 \cdot 2 UO_2 \cdot C_4 H_6 O_4 + 9 H_2 O$, welche am angegebenen Orte auf S. 74 beschrieben und S. 75 abgebildet sind. Cadmium giebt einen rothbraunen bis orangegelben Beschlag und mit den Uranylsalzen dieselben rhomboëdrischen Krystalle, wie Zink.

A. Streng.

Fig. 1.

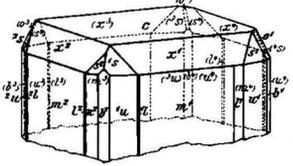


Fig. 2.

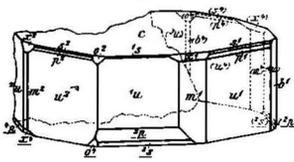
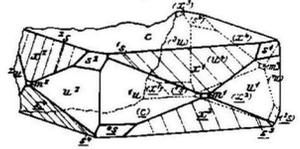


Fig. 3.



V. Goldschmidt, Löthrohrbeschläge auf Glas.

Fig. 4.

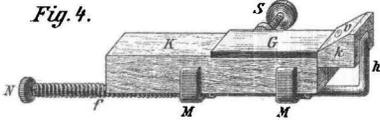


Fig. 6.



Fig. 5.



Fig. 7.



Fig. 8.

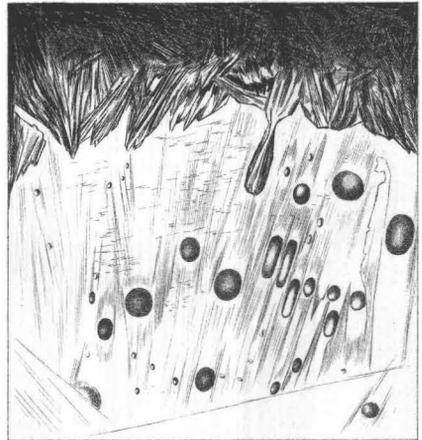


Fig. 9.



Fig. 10.

