

## XLVII. Bor.

Bestimmung der Borsäure. — Die quantitative Bestimmung der Borsäure ist mit vielen Schwierigkeiten verbunden. Wenn sie in einer Auflösung enthalten ist, und sich keine andere Säure, oder nur Salpetersäure neben ihr befindet, so kann die Menge derselben auf eine ähnliche Weise, wie die der Arseniksäure und Phosphorsäure, bestimmt werden; man setzt nämlich zur Auflösung eine genau gewogene Menge reinen, frisch geglühten Bleioxyds, dampft sie darauf bis zur Trocknifs ab, und glüht den Rückstand in einer kleinen tarirten Platinschale. Die Menge der Borsäure findet man dann, wenn man das Gewicht des hinzugesetzten Bleioxyds von dem der geglühten Masse abzieht.

Es gelingt nicht, die Menge der Borsäure auf die Weise zu bestimmen, das man die Auflösung bis zur Trocknifs abdampft; ein Theil der Borsäure verflüchtigt sich dann mit den Dämpfen des Wassers, oder besonders des Weingeistes, wenn die Borsäure in demselben aufgelöst war.

Es giebt keine Methode, in Auflösungen die Menge der Borsäure unmittelbar dadurch zu bestimmen, das man sie als einen unlöslichen Niederschlag fällt, und aus der Menge des Niederschlags die Menge der Säure bestimmt. Die Borsäure bildet mit keiner Base eine Verbindung, die in Wasser vollkommen unlöslich ist. Am genauesten findet man daher in borsäuren Verbindungen die Menge der Borsäure auf die Weise, das man in einer gewogenen Quantität die Menge der Basen, oder der mit der Borsäure verbundenen Substanzen bestimmt, und den Gehalt an Borsäure durch den Verlust findet.

Trennung der Borsäure von Metalloxyden. — Die Trennung der Borsäure von Metalloxyden, die aus einer sauren Auflösung durch Schwefelwasserstoffgas,

oder aus einer neutralen oder alkalischen Auflösung durch Schwefelwasserstoff-Ammoniak vollständig gefällt werden können, geschieht auf dieselbe Weise, wie die Phosphorsäure von diesen Metalloxyden getrennt wird; die Methoden sind S. 345. und 347. angegeben.

Trennung der Borsäure vom Bleioxyd, der Kalkerde, der Strontianerde und der Baryterde. — Von der Baryterde trennt man die Borsäure durch Schwefelsäure, und von der Strontianerde, der Kalkerde und dem Bleioxyd könnte man sie vielleicht auf eine ähnliche Weise trennen, wie man die Arseniksäure und die Phosphorsäure von diesen Basen trennt (S. 273. und 355.).

Trennung der Borsäure von feuerbeständigen Basen. — Es giebt eine Methode, die Borsäure von allen feuerbeständigen Basen zu trennen, wenn sich die Verbindungen derselben durch concentrirte Schwefelsäure zerlegen lassen, was bei dem allergrößten Theile derselben der Fall ist. Nach dieser Methode, die Arfvedson angegeben hat (*Vetenskaps Academiens Handlingar*, 1822, pag. 93.), verfährt man so: Man mengt einen gewogenen Theil der borsäuren Verbindung im fein gepulverten Zustande in einem Platintiegel, oder in einer Platinschale, mit der drei- oder vierfachen Menge an fein geriebenem Flußspath, der aber von der höchsten Reinheit und frei von Kieselsäure sein muß. Das Gemenge wird dann mit so viel concentrirter Schwefelsäure übergossen, daß beim Umrühren mit einem Platinspaten ein dicker Brei entsteht. Hierauf erhitzt man das Ganze und glüht es zuletzt so lange, bis keine saure Dämpfe mehr entwickelt werden. Die Borsäure wird dadurch in Fluorborgas verwandelt, und entweicht vollständig, so wie sich später, durch die Erhitzung bis zum Glühen des Tiegels, auch die überschüssig zugesetzte Schwefelsäure verflüchtigt. Alle Basen der Verbindung bleiben an Schwefelsäure gebunden zurück; sie sind noch gemengt mit der

ganzen Menge der schwefelsauren Kalkerde, die durch Zersetzung des Flussspaths entstanden ist. Die Menge der einzelnen Basen findet man nun nach Methoden, die früher angegeben worden sind. Wenn man sie genau bestimmt hat, so ergibt sich die Menge der Borsäure durch den Verlust. Bilden die Basen mit Schwefelsäure Verbindungen, welche im Wasser ziemlich leicht auflöslich sind, so süßt man gewöhnlich die geglähte Masse so lange aus, bis man glaubt, daß die unaufgelöste schwefelsaure Kalkerde, womit die übrigen Basen gemengt sind, frei von den leichtlöslichen schwefelsauren Salzen sei. Aus der abfiltrirten Flüssigkeit fällt man dann zuerst durch oxalsaures Ammoniak die Kalkerde der aufgelösten schwefelsauren Kalkerde, und bestimmt dann die Basen quantitativ.

Man sieht ein, daß auf diese Weise alle nicht wasserhaltige und durch Schwefelsäure zersetzbare borsaurer Verbindungen analysirt werden können. Auch die, welche Kalkerde enthalten, können nach dieser Methode untersucht werden, wenn man die Menge des hinzuzusetzenden reinen Flussspaths ganz genau wägt; es wird dann von der Menge der erhaltenen Kalkerde so viel Kalkerde abgerechnet, als durch den hinzugesetzten Flussspath hinzugekommen ist.

Man könnte sich in diesen Fällen, oder überhaupt immer mit größerem Vortheil des Fluorbaryums zur Zersetzung bedienen, wenn nur nicht die Anwendung des Flussspaths weit bequemer und wohlfeiler wäre. Die besten Dienste indessen leistet in dieser Hinsicht die reine, in einer Retorte von Platina bereitete Fluorwasserstoffsäure, deren sich auch Berzelius (Poggendorff's Annal., Bd. II. S. 128.) zur Zersetzung der borsaurer Salze bedient hat. Das zu untersuchende borsaurer Salz wird in einem tarirten Platintiegel mit einer Mischung von Fluorwasserstoffsäure und Schwefelsäure zersetzt, das Ganze erhitzt, bis zur Trocknifs abgedampft, und der trockne

Rückstand geglüht; es bleiben dann die Basen, welche sich in der borsäuren Verbindung befanden, an Schwefelsäure gebunden zurück.

**Trennung der Borsäure von der Kieselsäure.** — Ist in einer Verbindung, neben der Borsäure, auch Kieselsäure enthalten, und läßt sich eine solche Verbindung durch Säuren zerlegen, so kann man nach den zuletzt angegebenen Methoden die Quantität beider Säuren nur gemeinschaftlich bestimmen. Es kann dann eine neue Menge der Verbindung dazu angewandt werden, um die Menge der Kieselsäure zu finden. Man zerlegt zu dem Ende die Verbindung durch Chlorwasserstoffsäure, wobei die Kieselsäure ungelöst zurückbleibt und ihrem Gewichte nach bestimmt wird. Es ist indessen besser, die durch Chlorwasserstoffsäure zerlegte Verbindung bis zur Trockniß abzdampfen, die trockne Masse mit Chlorwasserstoffsäure zu befeuchten, und dann erst, nach Behandlung der befeuchteten Masse mit Wasser, die Kieselsäure zu bestimmen.

Enthält eine Verbindung, in der Kieselsäure und Borsäure sich befinden, noch Wasser, wie z. B. der in der Natur vorkommende Datolith und Botryolith, so wendet man eine dritte Menge zur Bestimmung des Wassergehaltes an. Man hat dann nur nöthig, die Verbindung im Platintiegel zu glühen; aus dem Gewichtsverlust ergiebt sich dann die Menge des Wassers.

Sehr schwierig ist indessen die quantitative Bestimmung der Borsäure, wenn sie in solchen kieselsäurehaltigen Verbindungen sich befindet, welche sich nicht durch Säuren zerlegen lassen. Die Bestimmung derselben wird noch schwieriger, wenn die Borsäure dann nur in kleiner Menge vorhanden ist, was gewöhnlich der Fall zu sein pflegt. In der Natur kommt die Borsäure in diesem Zustande in den Turmalinen und dem Axinit vor. Bei Untersuchung dieser Verbindungen kann man nur ein Resultat erhalten, das sich der Wahrheit nähert.

Zur Bestimmung der Borsäure in den Turmalinen, hat sich C. G. Gmelin (Poggendorff's Annal., Bd. IX. S. 175.) folgender Methode bedient: Das fein geschlämmte Pulver wird mit kohlenaurer Baryterde gemengt und heftig geglüht; die geglühte Masse behandelt man mit so viel Chlorwasserstoffsäure, als gerade zur Zersetzung derselben erfordert wird, und dampft die saure Flüssigkeit im Wasserbade bis zur Trocknifs ab. Die Menge der Borsäure, welche sich hierbei verflüchtigt, ist, nach C. G. Gmelin, so gering, daß sie vernachlässigt werden kann. Aus dem trocknen Rückstande wird die Kieselsäure auf die gewöhnliche Weise entfernt. Die von der Kieselsäure abfiltrirte Flüssigkeit versetzt man mit einer Auflösung von kohlensaurem Ammoniak im Ueberschufs, wodurch die Baryterde gefällt wird; die hiervon abfiltrirte Flüssigkeit dampft man bis zur Trocknifs ab, und erhitzt den Rückstand allmählig bis zum schwachen Rothglühen. Hierbei kann keine Borsäure verloren gehen, da diese mit Ammoniak verbunden ist, und da sich während des Glühens keine saure, Wasser enthaltende Dämpfe entwickeln, was beim Glühen des schwefelsauren Ammoniaks der Fall ist; es muß daher auch die Baryterde nicht durch Schwefelsäure, sondern durch kohlensaures Ammoniak entfernt werden. Der trockne Rückstand wird nun gewogen; wenn dies geschehen ist, übergießt man ihn mit Alkohol und etwas Chlorwasserstoffsäure, und zündet den Alkohol an. Diese Operation wird so lange wiederholt, als sich noch die geringste grüne Färbung an den Rändern der Flamme zeigt. Auf diese Weise wird die ganze Menge der Borsäure ausgetrieben; sie war in der Auflösung als borsaures Ammoniak enthalten, doch wurde dies durch das Glühen in freie Borsäure verwandelt. Der Rückstand wird nun von Neuem geglüht und gewogen; die Menge der Borsäure ergibt sich dann aus dem Gewichtsverlust.

Eine andere Methode, die C. G. Gmelin zur Bestim-

stimmung der Borsäure in diesen Verbindungen vorschlägt, ist folgende: Man glüht das Steinpulver mit kohlen-saurem Natron, laugt die geglühte Masse mit Wasser aus, und fällt durch Digestion mit einer Auflösung von kohlen-saurem Ammoniak die durch das Wasser aufgelösten klei-nen Antheile von Thonerde und Kieselsäure. Hierauf verdampft man die Flüssigkeit bis zur Trockniß, über-gießt die trockne Masse mit Schwefelsäure, und löst die Borsäure durch Digestion mit Alkohol auf. Die Auflö-sung sättigt man dann mit Ammoniak, glüht den aus Bor-säure bestehenden Rückstand, und bestimmt das Gewicht desselben.

### XLVIII. Fluor.

**Bestimmung des Fluors.** — Die quantitative Be-stimmung des Fluors in seinen festen Verbindungen ge-schieht unstreitig auf die Weise am sichersten, dafs man eine gewogene Menge der Fluorverbindung mit concentrirter Schwefelsäure übergießt und so lange erhitzt, bis zuerst alles Fluor als Fluorwasserstoffgas, und endlich auch die überschüssig zugesetzte Schwefelsäure verjagt worden ist. Das Metall, welches mit dem Fluor verbunden war, bleibt dann als schwefelsaures Oxyd zurück.

Es ist nöthig, dafs dieser Versuch in einem Platin-tiegel geschieht, und dafs keine Gefäße dazu angewandt werden, welche Kieselsäure enthalten. Aus der Menge des schwefelsauren Oxyds berechnet man dann die Menge des Metalles; der Gehalt an Fluor ergibt sich aus dem Verlust. Wenn das Fluor mit mehr als einem Metalle verbunden ist, so zersetzt man die Verbindung gleichfalls durch Schwefelsäure; man muß dann aber die erhalte-nen schwefelsauren Oxyde noch untersuchen, um aus der Zusammensetzung derselben die der Fluorverbindung zu berechnen.

Enthält eine Fluorverbindung Krystallisationswasser,