

Erstes Kapitel.

H o l z a s c h e.

Der Pottaschensieder fragt: wie viel Pottasche bekomme ich heraus? Der Chemiker fragt: wie viel ist darin? Beide Fragen werden in verschiedener Weise beantwortet.

Zur Ermittlung des muthmaasslichen Productes an Pottasche aus einer gegebenen Holzasche wird eine nicht zu kleine Menge Holzasche, 10 bis 20 Grm., kochend heiss ausgezogen, bis das abfliessende Wasser nicht mehr alkalisch reagirt. Ein Eindampfungsversuch in einer gewogenen Porcellan- oder Platinschale und Erhitzen bis zum Glühen giebt das ganze Gewicht der unreinen Pottasche. Man löst wieder in Wasser auf, setzt Lakmüstinctur hinzu und bestimmt das kohlen saure Kali mit einer Normalsäure in bekannter Art. Da der Auszug der rohen Holzasche häufig sehr stark gefärbt ist, so ist das vorgenommene Erhitzen bis zum Glühen auch hierfür dienlich gewesen, indem dadurch die Farbstoffe zerstört werden. Eine braun gefärbte Lösung von kohlen saurem Kali kann man nur mittelst Betupfens von Lakmuspapier austitriren.

Die eigentliche Analyse der Holzasche ist eine sehr complicirte und schwierige Arbeit; es lassen sich jedoch eine Menge von Stoffen daraus mit grosser Schärfe maassanalytisch bestimmen. Zunächst ist zu bemerken, dass sich kohlen saures Kali und kohlen saurer Kalk durch Ausziehen mit Wasser nicht trennen lassen. Ein Theil Kalk geht mit in Lösung, und ein Theil Kali bleibt bei dem Kalke als unlösliches Doppelsalz zurück. Es ist deshalb zu einer wirklichen Analyse durch die Behandlung mit Wasser nicht viel gewonnen.

Die Bestimmung des ganzen Gehaltes an kohlen saurem Kali und kohlen saurem Kalke kann in folgender Art geschehen. Man wäge eine bestimmte Menge Asche, etwa 5 Grm. ab, bringe sie in eine Kochflasche und lasse Normalsalpetersäure hinzu bis diese entschieden im Ueberschusse ist. Man koche bis zum vollständigen Austreiben der Kohlen säure und filtrire. Das Auswaschen mit heissem Wasser wird bis zum Aufhören der Reaction auf blaues Lakmuspapier fortgesetzt. Im Filtrat bestimmt man den Ueberschuss der Normalsalpetersäure durch Normalkali. Man erhält so die ganze Alkalität der Holzasche.

Aus der eben neutralisirten Flüssigkeit fälle man den Kalk durch kohlen saures Natron unter Kochen, filtrire, wasche aus, und bestimme den kohlen sauren Kalk durch Normalsalpetersäure und Kali in bekannter Weise. Indem man die CC. Säure für den kohlen sauren Kalk von jenen

der ganzen Alkalität abzieht, erhält man die dem kohlsauren Kali entsprechende Menge Normalsäure.

(2 Grm. Cigarrenasche sättigten im Ganzen 23,95 CC. Normalsalpetersäure. Der gefällte kohlsaure Kalk sättigte allein 18,3 CC.; folglich das Kali 5,65 CC. Es berechnen sich nun 18,3 CC. Normalsalpetersäure zu 0,915 Grm. = 45,75 Proc. kohlsaurem Kalk; und 5,65 CC. Normalsalpetersäure zu 0,390 Grm. = 19,52 Proc. kohlsaurem Kali.)

Eine andere Methode das Kali und den Kalk einzeln zu bestimmen kann in der Art ausgeführt werden, dass man das Kali als Chlorkalium darstellt und dann seinen Chlorgehalt bestimmt.

Man löse 1 bis 2 Grm. Asche in reiner Salzsäure auf und fälle sogleich mit ätzendem und kohlsaurem Ammoniak unter Erwärmung. Man filtrire, und dampfe das Filtrat in einer Porcellan- oder besser Platinschale zur Trockne ein. Aus der Salzmasse muss man nun den Salmiak durch starkes Erhitzen vertreiben. Diese Arbeit zieht leicht Verluste nach sich, wenn die Salzmasse vor dem beginnenden Heisswerden nicht vollkommen trocken ist. Man kann auch die Schale nicht mit einer Glasplatte oder Papierscheibe bedecken, weil die auffliegenden Salztheilchen an der bereits verdichteten Flüssigkeit kleben bleiben und dann nicht mehr in die Masse kommen können. Am besten ist es, die eingetrocknete Salzmasse in einem heissen Trockenschranke oder unter der Feuersole einer Heerdplatte längere Zeit stehen zu lassen. Der Salmiak wird durch genügendes Erhitzen verflüchtigt, was man daran erkennt, dass keine weisse Dämpfe mehr aufsteigen.

Es bleibt Chlorkalium übrig, welches in destillirtem Wasser gelöst mit Zehent Silberlösung ausgemessen wird. In dem Chlorkalium ist aber auch der ganze Kochsalzgehalt der Asche enthalten. Man zieht deshalb von den auf das Chlorkalium verbrauchten Cubikcentimetern der Zehent Silberlösung diejenige Menge Silberlösung ab, welche bei der Bestimmung des ursprünglichen Chlorgehalts der Asche verbraucht worden ist. Den Rest berechnet man auf Kali.

Das Chlor wird aus dem wässerigen Auszuge der Asche nach dem Neutralisiren mit Salpetersäure durch Zehent Silberlösung und chromsaures Kali bestimmt (II, S. 15).

(1 Grm. Cigarrenasche erforderte 10,2 CC. Zehent Silberlösung = 0,05962 Grm. = 5,96 Proc. Kochsalz.)

Die Schwefelsäure wird nach der Restmethode mit Chlorbaryum bestimmt (I, S. 90).

(Das Filtrat von 1 Grm. Cigarrenasche erhielt 10 CC. Normalchlorbaryumlösung, dann wurde mit kohlsaurem Ammoniak ausgefällt, und der ausgesüsste Niederschlag mit Normalsalpetersäure gemessen. Er entsprach 9,4 CC. derselben, der auf schwefelsaures Kali zu berechnende Rest ist also $10 - 9,4 = 0,6$ CC. Salpetersäure = 0,052266 Grm. = 5,2266 Proc. schwefelsaures Kali.

Eisenoxyd kann durch eine besondere Aufschliessung in Salzsäure und Reduction mit Zink bestimmt werden.

Die Bestimmung der Phosphorsäure macht besondere Schwierigkeit, weil sie mit Eisenoxyd, Thonerde und Kalk in Verbindung ist.

Man kann in der folgenden Weise verfahren.

Man löst 3 bis 4 Grm. Asche in heisser Salzsäure auf und filtrirt. Die Flüssigkeit ist gelb gefärbt von Eisenchlorid. Man setzt noch einige Tropfen Eisenchlorid hinzu, stumpft einen Theil der Salzsäure mit kohlensaurem Natron ab, jedoch nicht bis zum Fällen, und fügt dann essigsäure Natronlösung zu. Es entsteht dadurch eine weissliche Trübung von phosphorsaurem Eisenoxyd. Nun tröpfelt man vorsichtig eine verdünnte Lösung von Eisenchlorid oder Eisenammoniakalaun hinzu, bis die Flüssigkeit einen Stich ins Röthliche zeigt. Zur Sicherheit kann man auch einen Tüpfelversuch machen, indem man ein Filtrirpapier mit einer Lösung von Blutlaugensalz befeuchtet, ein anderes reines Filtrirpapier darauf legt, und mit einem Glasstabe einen Tropfen der Lösung darauf setzt. Wenn das untere Papier einen blauen Flecken zeigt, so ist ein kleiner Ueberschuss von Eisenoxyd vorhanden. Gross darf derselbe nicht sein, weil phosphorsaures Eisenoxyd in essigsäurem Eisenoxyd löslich ist.

Den Niederschlag sammelt man auf einem Filtrum, wäscht aus, bringt ihn mit dem Papier in die Zinkflasche, setzt Salzsäure zu und reducirt das Eisenoxyd. Das Filtrat vom phosphorsäuren Eisenoxyd giebt mit molybdänsäurem Ammoniak allerdings noch eine Reaction auf Phosphorsäure. Das Eisenoxydul bestimmt man mit Chamäleon, und berechnet daraus nach Raewsky die Phosphorsäure.

Eisensalz $\times 0,182 =$ Phosphorsäure.

(1 Grm. Cigarrenasche gab soviel phosphorsaures Eisenoxyd, dass das Eisen 2,9 CC. Chamäleon zerstörte, dessen Titre war: 1 Grm. Eisendoppelsalz = 21,4 CC. Chamäleon. Obige 2,9 CC. Chamäleon stellen demnach 0,1355 Grm. Eisendoppelsalz vor, welche mit 0,182 multiplicirt 0,02466 Grm. = 2,466 Procent geben.)

Das phosphorsaure Eisenoxyd lässt sich leider nur sehr langsam auswaschen. Es ist zweckmässig, dasselbe vor dem Filtriren gelinde zu erwärmen und es dann auf das benetzte Filtrum aufzugliessen, wenn sich der Niederschlag deutlich geschieden hat.

Will man die Phosphorsäure gewichtsanalytisch als Magnesiatripelsalz fällen, so muss man den Kalk erst ausscheiden. Man löst die Asche in möglichst wenig Salpetersäure auf, wobei sich nur sehr wenig Eisenoxyd mit löst. Man setzt essigsäures Natron zu, wodurch sich vielleicht etwas phosphorsaures Eisenoxyd ausscheidet, welches man trennt, und allein nach Raewsky bestimmt. Im Filtrat fällt man den Kalk durch ein oxalsaures Alkali bei freier Essigsäure, und aus dem Filtrat vom kleesauren Kalke fällt man die Phosphorsäure mit einem Gemenge

von Ammoniak, Salmiak und Bittersalz. Das Tripelsalz wird in gewöhnlicher Weise geglüht und gewogen.

Zweites Kapitel.

Ausgelaugte Holzasche.

Die ausgelaugte Holzasche wird als ein Düngemittel für Wiesen vielfach angewendet. Sie enthält viel kohlen-sauren Kalk, dann phosphor-sauren Kalk und etwas Kali. Letzteres rührt von dem nicht zersetzten Antheile von jenem bekannten Doppelsalze von kohlen-saurem Kali und kohlen-saurem Kalk her. Die Bestimmung des Kalis und der Phosphor-säure, welche den eigentlichen Düngwerth abgeben, würde hier unsere Arbeit sein.

Zunächst muss eine richtige Probe gezogen werden, damit man den Mittelwerth des ganzen Vorrathes erhalte. Die gröberen Theile müssen zerklopft, und aus dem gröblichen Pulver diejenige Menge genommen werden, welche zur Analyse bestimmt wird. Sehr feines Pulver ist nicht absolut nothwendig, da sich die bezüglichen Stoffe leicht in Säuren lösen.

Kohlensaurer Kalk und kohlen-saures Kali werden im Ganzen, wie bei der Asche, durch Normalsalpetersäure bestimmt, indem man in einer überschüssigen aber gemessenen Menge dieser Säure löst, dann filtrirt und auswäscht, und im Filtrat den Ueberschuss der Säure mit Normal-kali bestimmt.

Aus der Flüssigkeit fällt man den Kalk vollständig mit kohlen-saurem Natron, wäscht aus und bestimmt ihn ebenfalls mit Normalsal-petersäure. Durch Abzug erhält man das kohlen-saure Kali. Eine andere Kaliverbindung als die kohlen-saure kann in der ausgewaschenen Asche nicht vorhanden sein.

Das Kali kann man direct bestimmen, wenn man die ausgelaugte Asche in reiner Salzsäure löst, wobei man nur einen kleinen Ueberschuss anwendet, dann mit kohlen-saurem Ammoniak den Kalk und das Eisen-oxyd fällt, filtrirt, das Filtrat in einer Platinschale eindampft und glüht. Es bleibt Chlorkalium zurück. Kochsalz kann in diesem Falle nicht vorhanden sein. Das Chlorkalium bestimmt man mit Zehentsilberlösung und chrom-saurem Kali.

Den phosphor-sauren Kalk bestimmt man, indem man die Substanz in Salpetersäure in der Wärme löst, filtrirt, mit essig-saurem Natron versetzt und nun mit einem kleinen Ueberschusse von Eisenchlorid fällt. Das phosphor-saure Eisen-oxyd lässt man in gelinder Wärme etwas zusammengehen. Die überstehende Flüssigkeit hat eine leichte Färbung