

Schrifttum.

- [1] MENZEL, H., und ADAM, J.: Studien an Boratglassystemen II: Das System $\text{Na}_2\text{O}-\text{BeO}-\text{B}_2\text{O}_3$. Glastechn. Ber. **22** (1948/49) S. 237—246.
- [2] MENZEL, H., und SLIWINSKI, S.: Studien am System $\text{Li}_2\text{O}-\text{BeO}-\text{B}_2\text{O}_3$. I. Z. anorg. allgem. Chem. **249** (1942) S. 357—358. [Ref. Glastechn. Ber. **22** (1948/49) S. 141.]
- [3] DRP 585 816. — Verfahren zur Herstellung von Alkali-Beryllium-Boratgläsern. [Ref. Glastechn. Ber. **12** (1934) S. 72.]
- [4] ZIEGLER, W., und WELLMANN, M.: Über ultraviolett-durchlässige Alkali-Beryllium-Boratgläser. Z. techn. Phys. **14** (1933) S. 288—289. [Ref. Glastechn. Ber. **13** (1935) S. 133.]
- [5] SIMON, A., und MÜLLER, G.: Über einen selbst zu wickeln, schnell auswechselbaren elektrischen Tiegel-Widerstandsofen. Z. angew. Chem. **39** (1926) S. 1377—1380.
- [6] DR-Patente: 492342, 505386, 597143.
- [7] ROLLET, A. P.: Sur les borates de potassium. Etude du système $\text{B}_2\text{O}_3-\text{K}_2\text{O}$. Compt. rend. Acad. Sci. **200** (1935) S. 1763—1765. [Ref. Glastechn. Ber. **16** (1938) S. 23.] Vgl. auch GMELIN, Hdb. 8. Aufl. S-Nr. 22, K, S. 813f.

Kurzbeitrag.

DK 543.7:666.112.7

Die chemische Analyse eines Natron-Borsäure-Toncrd-Silikatglases mit hohem Gehalt an Kieselsäure und Borsäure¹⁾.

(Nach einem Bericht des Technischen Ausschusses Nr. 1 der Society of Glass Technology.)

Zusammengestellt von KARL REHM, Landshut.

Als Fortsetzung der früheren Untersuchungen zur Analyse eines einfachen Na-Ca-Mg-Silikatglases²⁾ wird ein Glas vom Pyrextyp (Glas Nr. 2) von verschiedenen Laboratorien nach bestimmten Richtlinien untersucht, die Ergebnisse werden statistisch ausgewertet und zusammengestellt.

Reagentien und Vorbereitung der Analysensubstanz sind die gleichen wie in der vorhergehenden Untersuchung.

SiO₂.

0,5 g pulv. und bei 110° C getrocknetes Glas werden wie früher aufgeschlossen, dann aber nach Ansäuern mit HCl und weitgehendem Eindampfen mit 5 cm³ Methanol versetzt, um beim Eindampfen zur Trockne die Borsäure als Ester zu entfernen. Die Alkoholzugabe wird bei jeder SiO₂-Entwässerung wiederholt. Die Kieselsäure wird dann, wie früher beschrieben, weiter behandelt.

Metalle.

Es wird entweder ein HF-H₂SO₄-Aufschluß durchgeführt oder das Filtrat der SiO₂-Abscheidung verwendet, zu dem noch der angesäuerte Sodaaufschluß des SiO₂-Abrauchrestes gegeben wird. Aus der Lösung werden Platin und Elemente der H₂S-Gruppe abgeschieden, H₂S verkocht, die Lösung durch Kochen mit 0,5 cm³ konz. HNO₃ oxydiert und dann die Sesquioxyde, CaO und MgO wie früher abgeschieden und bestimmt. K₂O, Na₂O, Fe₂O₃, TiO₂, SO₃ und Glühverlust werden in weiteren Aufschlüssen wie früher bestimmt.

B₂O₃.

Die Borsäure wird als Methyl ester abdestilliert und nach Mannitzusatz mit N₂OH titriert. Die Destillationsapparatur besteht aus einem 250 cm³-Fraktionierkolben (mit Sieckapillare und aufgesetztem Hg-Sicherheitsventil), in dem sich etwa 200 cm³ Methanol befinden, dann einem 50 cm³-Fraktionierkolben mit weitem Einleitungsrohr und einem Ableitungsrohr, das mit einem (15 cm langen) Kühler verbunden ist.

¹⁾ The chemical analysis of a soda-boric oxide-alumina-silica glass of high silica and boric oxide content. (A report by technical committee No. 1 of the Society of Glass Technology.) J. Soc. Glass Technol. **34** (1950) Nr. 161, S. 305—309.

²⁾ The chemical analysis of a soda-lime-silica-magnesia glass. J. Soc. Glass Technol. **34** (1950) Nr. 160, S. 257—272. — [Kurzber.: Glastechn. Ber. **24** (1951) S. 201—203.]

Das Kühlerende ragt durch einen doppelt durchbohrten Stopfen in den Hals eines 350 cm³ Rundkolbens, dessen zweite Bohrung ein wassergefülltes U-Rohr trägt. Die Apparatur soll aus Bor-freiem Glas bestehen. — In den Borsäuredestillationskolben werden durch einen weiten Trichter 10,0 g wasserfreies CaCl₂, dann der Sodaaufschluß des Glases gegeben. Hierzu werden 0,1—0,2 g pulv. Glas in einem Pt-Tiegel mit 0,6 g Na₂CO₃ vor dem Mekerbrenner aufgeschlossen und die Schmelze durch 2—3 cm³ H₂O zerlegt. Der Pt-Tiegel wird mit 3 cm³ HCl (1:1) und wenig H₂O nachgespült, wobei die gesamte H₂O-Menge 8 cm³ nicht übersteigen soll. Nach Zusammensetzen der Apparatur wird der Methylalkohol durch ein untergesetztes Wasserbad zum Sieden gebracht und das Wasserbad des Borsäure-Destillationskolbens ebenfalls erhitzt, so daß stets 5—10 cm³ CH₃OH im Kolben vorhanden sind. Nach Abdestillieren von 175 cm³ CH₃OH wird die Destillation unterbrochen, 7 cm³ 2 n-NaOH in die Vorlage gegeben und der Alkohol frei abgedampft (Pt-Schale oder B-freies Glas). Der Rückstand wird in einen Erlenmeyer gegeben, der Kühler mit 1 cm³ HCl (1:1) und H₂O ausgespült, die Lösung mit HCl (1:1, dann 0,2 n) gegen Methylrot schwach angesäuert, 10 Min. am Rückflußkühler gekocht und an der Wasserstrahlpumpe erkaltet gelassen. Nach Zugabe von 0,5 cm³ Bromthymolblau (40 mg in 1,3 cm³ 0,05 n-NaOH gelöst, auf 100 cm³ verdünnt und filtriert) wird mit 0,05 n-NaOH (CO₂-frei; Herstellung s. u.), bis auf p_H = 7,0 titriert. Der Endpunkt wird gegen einer Pufferlösung von p_H = 7,0 (aus 1,69 g Zitronensäure und 11,7 g Na₂HPO₄, auf 500 cm³ verdünnt und mit der gleichen Indikatormenge versetzt) erkannt. Nach Zugabe von 2 g Mannit wird mit CO₂-freier 0,05 n-NaOH bis auf p_H = 7,0 titriert. Vom NaOH-Verbrauch wird der Leerwert abgezogen, der beim Aufschluß von 0,07 g SiO₂ mit 0,6 g Na₂CO₃ und in gleicher Weise ausgeführter Destillation und Titration ermittelt wurde.

Herstellung der 0,05 n-NaOH: 20 g NaOH werden in einem B-freien Reagensglas mit 20 cm³ H₂O versetzt und die Lösung verschlossen bis zur Klärung stehen gelassen. Hiervon werden 2,50 cm³ abpipettiert und mit ausgekochtem, CO₂-freiem H₂O auf 1 Liter aufgefüllt. Die 0,05 n-NaOH wird gegen Borax oder B₂O₃ eingestellt. Hierzu werden 0,05 g gereinigter Borax mit 0,07 g reiner SiO₂ und 0,5 g Na₂CO₃ aufgeschlossen und in gleicher Weise wie das Glas destilliert und titriert. — Oder es werden 0,07 g SiO₂ mit 0,6 g Na₂CO₃ aufgeschlossen, mit H₂O in den Destillationskolben gegeben, 2,00 cm³ Standard-B₂O₃-Lösung, dann 3 cm³ HCl (1:1) zugefügt und wie oben destilliert. Für die B₂O₃-Standardlösung werden 10 g H₃BO₃ in einer Platinschale eingeschmolzen, 30 Min. vor dem Gebläse gegläht, in einem Exsikkator abkühlen gelassen, gewogen und mit CO₂-freiem H₂O auf ein Volumen von 500 cm³ gebracht. — Bei 12,70% B₂O₃ wird eine Fehlergrenze von + 0,20% zugelassen.

(20824)