Zur Bestimmung der Schwefelsäure bei Gegenwart von Eisen.

Von
G. LUNGE.

KÜSTER und THIEL¹ geben einen beachtenswerten Beitrag zu dem in der Überschrift genannten, für die Technik ebenso wie für wissenschaftliche Zwecke sehr wichtigen Gegenstand. Ich kann es mir nicht versagen, zu ihrer Arbeit einige Bemerkungen zu machen, da die für die Bestimmung des Schwefels im Schwefelkies von mir ausgearbeitete Methode, welche seit vielen Jahren in allen Industrieländern als die maßgebende ausgeübt wird, von jenen Forschern nicht nur als zeitraubend, sondern auch als ungenau hingestellt wird.

Dafs die Bestimmung der Schwefelsäure durch Ausfällen als Baryumsulfat bei Gegenwart von Eisen in der Lösung nicht genau ausfällt, ist ja längst bekannt. Aber wenn THIEL² bei Gegenwart von etwa soviel Eisen, als bei der Kiesanalyse auftritt, den enormen Fehler von 7% gefunden hat, so ist mir das unverständlich, nicht nur im Hinblick auf meine eigenen verschiedenen Versuche,³ bei denen unter obigen Umständen Fehler von höchstens 0.5% vorkamen, sondern auch auf die Tausende von Schwefelbestimmungen aus früheren Jahren von Seiten der Handels- und Fabrikchemiker zum Zwecke der Zahlung für den Kies, bei denen die einen die nasse Aufschliessung ohne Beseitigung des Eisens, die anderen die trockene Aufschliessung mit Zurücklassung des Eisens angewendet haben, und wo wohl Differenzen von 1—2%, aber niemals solche von auch nur annähernd 7% vorgekommen sind, da ja sonst ein Zustand eingetreten wäre, den man in den Kreisen der Käufer und

¹ *Z. anorg. Chem.* **19**, 97 ff.

² Von dem nach der Fußnote S. 98 die sämtlichen Analysen herrühren.

³ *Zeitschr. anal. Chem.* **1881**, 419.

Verkäufer keinen Augenblick, geschweige denn so viele Jahre geduldet haben würde.

Diese Frage ist jedoch von untergeordneter Bedeutung, seitdem, infolge meiner damaligen Arbeit und verbreitet durch meine Bücher, die Entfernung des Eisens durch Fällung mit Ammoniak vor Ausfällung der Schwefelsäure eingeführt worden ist. In dieser Form ist die Methode seit 17 Jahren als einwurfsfrei anerkannt worden und wird in Deutschland, England, Amerika u. s. w. allgemein angewendet. KÜSTER und THIEL¹ aber wollen sie heute verwerfen, erstens als „umständlich und zeitraubend“, zweitens weil sich ergeben habe, daß der Niederschlag von Eisenhydroxyd hartnäckig Schwefelsäure in Gestalt basischer Sulfate zurückhalte, so daß man die Fällung nach dem Lösen in Salzsäure noch mehrmals wiederholen müsse; selbst dann solle nach JANNASCH der durchschnittliche Schwefelsäureverlust 0.5% betragen. Andere Einwürfe führen sie nicht an.

Der erste derselben ist augenblicklich zu beseitigen. In geübten Händen (und mit anderen wird man doch hier nicht rechnen!) dauert die Fällung mit Ammoniak, das Filtrieren und Auswaschen nach den von mir dafür aufgestellten Vorschriften $\frac{3}{4}$ bis 1 Stunde, und ist eine Schwefelbestimmung im Pyrit vom Aufschließen desselben bis zum Schluß in 2 bis höchstens 3 Stunden abzumachen, während in den beiden von KÜSTER und THIEL vorgeschlagenen Methoden allein die Beseitigung des Eisens $2 + \frac{1}{2} + 1\frac{1}{2}$, zusammen also 4 Stunden dauert. Ihre Methode ist also jedenfalls mehr zeitraubend als die meinige, und keinesfalls weniger umständlich.

Wir kommen nun zu der wichtigen Frage der Genauigkeit. Ich will ganz davon absehen, daß JANNASCH selbst die vollkommene Richtigkeit meiner Methode zugegeben hat,² also sein Zeugnis gegen mich nicht zu verwerten ist; eigene vergleichende Versuche mit meiner Methode führen KÜSTER und THIEL nicht an. Dem gegenüber sei folgendes festgestellt: Seit Bekanntgebung meiner Methode werden jährlich in Hunderten von Laboratorien ungezählte Bestimmungen nach derselben angestellt und zwar ohne die angeblich notwendige Wiederauflösung und Neufällung des Eisenniederschlags; auch im FRESSENIUS'schen Laboratorium ist diese Methode eingeführt. Ich selbst habe sie persönlich über hundertmal ausgeführt und unter

¹ Diese Autoren führen meinen Namen nicht an, haben aber jedenfalls meine Methode gekannt und bei ihrer Veröffentlichung im Sinne gehabt.

² *Journ. pr. Chem.* [2] 40, 236.

meinen Augen sind durch meine Schüler (von denen so gut wie alle dies als Übungsaufgabe erhalten) tausende derartiger Bestimmungen gemacht worden, und zwar in meinem Laboratorium fast immer unter der von mir angegebenen Kontrolle durch Schmelzen des Eisenniederschlags mit Soda und Untersuchung des wässerigen Auszuges auf Schwefelsäure. Ganz selbstverständlich gelingt es nicht jedem Anfänger das erstemal, die Auswaschung in richtiger Weise durchzuführen; aber jeder lernt dies in kurzem ohne alle Schwierigkeit, und die meisten bringen es gleich anfangs auf Grund der in meinen Veröffentlichungen beschriebenen Vorschriften zustande. Hat man es einmal gelernt, so kann jene Kontrolle überhaupt fortbleiben, was in den Fabriken wohl meist geschieht, obwohl sie nur sehr wenig Zeit beansprucht.

Damit fällt auch der zweite Einwurf von KÜSTER und THIEL dahin. Es liegt mir nicht ob, zu untersuchen, ob die von diesen Forschern eingeführten anderen Methoden ebenso gute Resultate wie die meinige geben; jedenfalls sind sie unnötig, denn sie führen weder schneller noch besser zum Ziele, und es ist gewiß nicht rätlich, eine Methode, auf Grund deren vermutlich weit über eine Million Tonnen Schwefelkies im Jahre verkauft und gekauft wird, ohne Grund mit einer neuen zu vertauschen, die bestenfalls vor der allgemein üblichen keine Vorzüge hat.

Bei der Redaktion eingegangen am 8. Januar 1899.