Über die Bestimmung des Schwefels in Kies bei Gegenwart von Eisen.

Von

O. N. HEIDENREICH.

Vorläufige Mitteilung.

Bekanntlich haben P. JANNASCH und Th. W. RICHARDS¹ nachgewiesen, daß das bei der Fällung von Schwefelsäure bei Gegenwart von beträchtlichen Mengen von Eisen „mitgerissene“ Eisen in der Form von Ferrisulfat zusammen mit dem Baryumsulfat niedergeschlagen wird.

Um diese Fehlerquelle zu vermeiden, haben F. W. KÜSTER und A. Thiel² kürzlich verschiedene Arbeitsmethoden vorgeschlagen.

Durch diese Abhandlung angeregt, bin ich auf den Gedanken gekommen, daß man dem Mitrissen von Ferrisulfat einfach dadurch entgehen kann, daß man vor der Fällung das Eisen durch Reduktion mit irgend einem geeigneten Reduktionsmittel in die unschädliche Form des Ferrosulfats überführen könnte. Zu der Reduktion habe ich metallisches Zink benutzt.

Der Schwefelkies wurde auf gewöhnliche Weise mit Salpetersalzsäure aufgelöst, 3 mal mit verdünnter Salzsäure eingedampft, dann nach Zusatz von etwas Salzsäure in einen Erlenmeyerkolben auf ungefähr 500 ccm Inhalt filtriert und das Ganze auf etwa 250 ccm mit heißem Wasser verdünnt. Dann wurde genügend Zink, nachdem ein Trichter in den Hals des Kolbens eingesetzt war, zugefügt und auf dem Sandbade gelinde erwärmt. Nachdem die Lösung farblos geworden, also alles Eisen reduziert und das Zink aufgelöst war, wurde die Lösung durch ein gut laufendes Filter in ein Becherglas auf etwa 1000 ccm Inhalt überfiltriert und gut ausgewaschen.

¹ *Journ. pr. Chem.* [2] 39, 321—334.

² *Z. anorg. Chem.* 19, 97.

Das Ganze wurde auf etwa 600 ccm mit heißem Wasser verdünnt und kochend heiß mit der berechneten Menge kochender und verdünnter Chlorbaryumlösung gefällt.

Der Niederschlag wurde noch 12 Stunden abfiltriert und mit heißem Wasser 4—5 Min. durch Dekantieren ausgewaschen und danach in gewöhnlicher Weise weiter behandelt.

Die ganze Operation nimmt wenig Zeit in Anspruch; das Baryumsulfat war fast weiß.

Drei Versuche mit verschiedenen Abwägungen werden hier erwähnt und zeigen sehr gut übereinstimmende Resultate.

Angewandt wurde ein unreiner Schwefelkies vom Suletelma:

1. Abgewogen 0.6867 g Schwefelkies ergab 2.5059 g $\text{BaSO}_4 = 50.11\%$ S.
 2. Abgewogen 0.5160 g „ „ 1.8830 g $\text{BaSO}_4 = 50.05\%$ S.
 3. Abgewogen 0.5806 g „ „ 2.1187 g $\text{BaSO}_4 = 50.05\%$ S.
- $\text{Ba} = 137.4.$ S = 32.02. O = 16.

Christiania, Metallurg. Universitätslaboratorium, Februar 1899.

Bei der Redaktion eingegangen am 20. Februar 1898.