Ueber die Beimengungen und Verunreinigungen eines käuflichen Eisenoxyds;

von

H. Wackenroder.

Aus den jüngst mitgetheilten Untersuchungen mehrerer Sorten von Viehsalz (*s. dies. Arch. Bd. 70. p. 129.*) wird man erschen haben, dass es im Bereiche des Zollvereins Vorschrift ist, dem Kochsalz Eisenoxyd zuzusetzen, wenn es als Viehsalz zu ermässigtem Preise verkauft werden soll. Nun ist aber bekannt genug, dass das Eisenoxyd, wenn es in grossen Mengen, zum Theil durch hüttenmännische Procedures dargestellt wird, nicht leicht rein erhalten werden kann, sondern gewöhnlich mit andern und noch dazu schädlichen Substanzen verunreinigt bleibt. Es war daher gewiss zu billigen, wenn die Verwaltung einiger Thüringischen Salinen vor Kurzem sich von der Beschaffenheit des zu verwendenden Eisenoxyds Kenntniss zu verschaffen suchten, zu welchem Ende ich mit der Untersuchung von drei Sorten solchen Eisenoxyds beauftragt wurde. Da die Resultate dieser chemischen Untersuchung ein allgemeines technisches Interesse haben können, so erlaube ich mir, dieselben hier kurz mitzutheilen, über die Analyse selbst aber nur wenige Bemerkungen hinzuzufügen.

a) Durch schwaches Glühen einer abgewogenen Menge des käuflichen Eisenoxyds wurde aus dem Glühungsverluste das Wasser bestimmt. Die geringe Menge organischer Substanzen, welche sich beim Auflösen des Eisenoxyds in Salzsäure dem zurückbleibenden Sande beigemischt zeigten, ist in dem Glühungsverluste mit enthalten und wurde nur in einem Falle durch Glühen des Sandes direct bestimmt.

b) Die Lösung des Eisenoxyds in Salzsäure erfolgte unter Entwicklung von Chlor nebst sehr wenig Kohlensäure. Nachdem die Flüssigkeit filtrirt und verdünnt worden, wurde sie mit schwefligsaurem Gas übersättigt,

bis zum Kochen erhitzt und nun mit Schwefelwasserstoffgas behandelt. Der hierbei entstandene Niederschlag wurde noch feucht mit Ammoniak und frischem Schwefelammonium übergossen, die Flüssigkeit nach einiger Zeit durch ein Filter getrennt und mit Salzsäure angesäuert. Auf diese Weise wurde ein citronengelber Niederschlag erhalten, der sehr leicht als Schwefelarsen erkannt werden konnte und als As_2S_3 auf Arsensäure berechnet werden musste.

c) Der in dem Schwefelammonium unlösliche Theil des Niederschlages wurde in Salpetersäure wieder aufgelöst und dann das Kupferoxyd durch Aetznatron niedergeschlagen. Die genaue Prüfung desselben ergab die Reinheit des Kupferoxyds.

d) Aus der von Arsen und Kupfer befreieten Lösung konnten die übrigen Bestandtheile nun leicht abgeschieden werden. Nachdem durch Erhitzen der Flüssigkeit mit etwas chlorsaurem Kali das Eisenchlorür wieder in Chlorid verwandelt worden, wurde alles Eisen als Oxydhydrat durch kohlensaures Natron in der Kälte gefällt. Die weitere Prüfung des gegläuhten Niederschlages erwies denselben als Eisenoxyd, dem nur eine sehr geringe Menge Alaunerde beigemengt war, welche näher zu bestimmen hier von keinem besondern Interesse war.

e) Die vom Eisen befreiete Flüssigkeit wurde in der Siedhitze mit kohlensaurem Natron zersetzt, der Niederschlag durch mässiges Glühen in Manganoxoxydul verwandelt und dann als Mn_3O_4 in Rechnung gebracht. Eine Prüfung desselben, so wie auch der rückständigen Flüssigkeit ergab nur kleine Mengen von Kalk und Talkerde, welche nur in einem Falle quantitativ zu bestimmen für genügend erachtet wurde.

f) Der in Salzsäure unlösliche Rückstand des käuflichen Eisenoxyds bestand in grau gefärbter Kieselerde und Sand, auf welche kaustische Kalilauge ohne namhafte Einwirkung blieb. Derselbe wurde stark getrocknet oder auch gegläuht und gewogen. Wenigstens zwei, vielleicht alle drei Sorten des analysirten Eisenoxyds scheinen aus

ein und derselben Quelle zu stammen, wofür eben sowohl die gleiche dunkelbraune Farbe und der lockere Aggregatzustand, als auch die grosse Aehnlichkeit derselben in Ansehung ihrer Bestandtheile sprechen.

Unsere Analysen ergaben:

	I. von H.	II. von L.	III. von N. S.
Eisenoxyd (mit sehr wenig Alaunerde)	40,316	37,718	38,987 Proc.
Manganoxydoxydul	13,273	12,141	13,004 "
Kohlensauren Kalk	1,355		
" Talkerde	0,661		
Kupferoxyd	0,367	0,907	0,898 "
Arsensäure	0,026	0,029	0,155 "
Sand und erdige Theile	27,033	26,953	24,234 "
Wasser, als Glühverlust	15,538	21,214	21,394 "
Beigemenge organische Substanz	0,140		
	98,709	98,962	98,672 Proc.

Ueber die Bereitung der chemisch-reinen Salpetersäure;

von

Ohlert,

Apotheker in Miloslaw.

Bei der Prüfung der Methoden zur Darstellung derselben habe ich, unterstützt durch meinen Sohn, einige mir bemerkenswerth erscheinende Beobachtungen gemacht, die ich im Folgenden gebe.

Bei Destillationen im Sandbade soll die Retorte auf eine 4—1½ Zoll hohe Sandschicht gelegt und dann mit Sand umschüttet werden, wie die meisten Lehrbücher angeben; dieses ist, wie sich bald zeigen wird, ungenau.

Es muss bei dergleichen Destillationen, besonders der Säuren und aller specifisch schwereren Flüssigkeiten, wie Herr Dr. Mohr in seiner pharmaceutischen Technik auch angiebt, eine der Grösse der anzuwendenden Retorte entsprechende Kapelle, also eine solche, welche 4, höchstens 4½ Zoll zwischen jener und dieser Raum bietet, dazu