XX.

Ueber die Analyse des Gusseisens.

Von

Campbell Morfit und James C. Booth.

(Chem. Gaz. Octbr. 1853. No. 264, pag. 388 und No. 265, pag. 411.)

(Schluss von Bd. LXI, pag. 30.)

Um das Calcium, Magnesium, Natrium, Kalium, Kobalt, Nickel, Eisen, Mangan, Aluminium, Kupfer und den Phosphor zu bestimmen, werden 5 Grm. des abgemeisselten Gusseisens in einem Becherglas (von 8 Unzen Inhalt) mit rauchender Salpetersäure übergossen. Die kühl gestellte Masse versetzt man nach 12 Stunden mit reiner Salpetersäure und erwärmt sie bis ungefähr 100°. Ist Alles bis auf einige unlösliche Flocken gelöst, so entfernt man die Deckplatte und lässt zur Trockne dampfen. Dann löst man in starker Salzsäure auf, verdünnt die Lösung und filtrirt. Auf dem Filter bleibt ein Rückstand (a), der Zinn und Titan enthält. Das Filtrat wird auf die übrigen oben angeführten Metalle folgendermaassen untersucht:

Zuerst wird kohlenstoffreies Ammoniak zugesetzt, um Thonerde und die Oxyde des Chroms, Mangans und Eisens in Verbindung mit Phosphorsäure zu fällen. Gelöst bleiben die andern Salze und ein Antheil Manganoxydulsalz, ebenso Magnesia; ist aber Eisen in grossem Ueberschuss vorhanden, so fällt alles Mangan mit nieder. Man filtrirt schnell ab, wäscht mit heissem Wasser und legt den Niederschlag auf dem Filter (b) bei Seite. Das durch Abdampfen concentrirte Filtrat wird mit seinem doppelten Volum Alkohol vermischt und durch einige Tropfen Schwefelsäure von seinem Kalkgehalt befreit.

Das Filtrat vom schwefelsauren Kalk wird zur Trockne gebracht, um die Ammoniaksalze durch Glühen zu verjagen. Die geglühte Masse löst man wieder in Wasser, theilt sie in zwei gleiche Theile und bestimmt den einen zur Fällung durch Chlorbaryum, um aus dem erhaltenen

schwefelsauren Baryt auf den Gehalt der Lösung an schwefelsauren Salzen zu schliessen, und darnach das Kupfer zu fällen; den andern zur Bestimmung der Magnesia und Alkalien. Ist der schwefelsaure Baryt abfiltrirt und aus dem Filtrat das überschüssige Chlorbaryum durch Schwefelsäure wieder entfernt, so fällt man durch Schwefelwasserstoff das Kupfer und zieht es aus dem Gemenge mit schwefelsaurem Baryt durch Königswasser aus, um es auf die gewöhnliche Art mit Kali zu fällen. Die vom Schwefelkupfer abfiltrirte Lösung wird durch Schwefelammonium auf Nickel und Kobalt geprüft, gewöhnlich fanden sich aber von diesen Metallen nur Spuren vor.

Wenn aus der zweiten Portion schwefelsaurer Lösung die Magnesia als phosphorsaures Ammoniakdoppelsalz gefällt ist, berechnet man aus dem Gehalt der Schwefelsäure, S, der schwefelsauren Magnesia und der gesammten Sulphate das Gewicht der Alkalien β , aus welchem sich durch die Formel $2,9136 \beta - 2,258 S$ das Gewicht des Kali ergibt, das Uebrige ist Natron.

Der Inhalt des Filters (b) wird in verdünnter Salzsäure gelöst, mit Ammoniak neutralisirt, mit Schwefelammonium gefällt und darauf sogleich mit zwei flüssigen Drachmen Kalilösung von 1,3 spec. Gew. versetzt. Nach erfolgtem Absetzen wird die klare überstehende Lösung abgegossen, der Rückstand noch einmal mit 6 Drachmen derselben Kalilösung erwärmt, dann verdünnt, abfiltrirt und mit Schwefelammonium ausgewaschen.

Die Schwefelmetalle des Eisens und Mangans werden in Salpetersäure gelöst, mit Ammoniak gefällt und wieder in Salzsäure gelöst; das Eisenoxyd durch kohlensauren Baryt ausgefällt und aus dem mit Schwefelsäure behandelten Filtrat das Mangan durch kohlensaures Natron. Es wird geglüht und als Mn_2O_3 bestimmt. Eisenoxyd und kohlensaurer Baryt werden in Salzsäure gelöst, Baryt durch Schwefelsäure entfernt und Eisenoxyd nachher durch Ammoniak niedergeschlagen. Die Erfahrung bewies, dass auf diese Art Mangan und Eisen sich genau trennen liessen,

wenn man die Lösung 12 Stunden mit dem kohlensauren Baryt hatte stehen lassen.

Die Kalilösung, welche phosphorsaure Thonerde und phosphorsaure Alkalien enthielt, wurde mit Salpetersäure erwärmt, um überschüssigen Schwefelwasserstoff zu zerstören, dann mit Ammoniak phosphorsaure Thonerde gefällt und im Filtrat die Phosphorsäure durch eine gewogene Menge Eisendraht nach Berthier's Methode. Die phosphorsaure Thonerde wurde auf die gewöhnliche Weise in Salzsäure gelöst, und durch Weinsäure, Ammoniak und Magnesiasalz die Phosphorsäure ausgefällt, wornach die Flüssigkeit zur Trockne gedampft, der Rückstand geglüht, dann mit saurem schwefelsauren Kali geschmolzen und aus der wässrigen Lösung desselben die Thonerde durch Ammoniak abgeschieden wurde.

Das Eisenoxyd, welches noch Phosphorsäure und Thonerde enthielt, wurde in dem einen Versuch in Salzsäure gelöst, mit kohlensaurem Natron übersättigt und die zur Trockne gebrachte Masse in einem Platintiegel mit 2 Th. Kieselsäure und 6 Th. Soda auf je 1 Th. Phosphat geschmolzen (nach Berzelius), das Geschmolzene mit Wasser ausgekocht und die Lösung des phosphorsauren Natrons von den Silicaten des Eisens und der Thonerde abfiltrirt. Letztere wurden wie gewöhnlich durch Salzsäure zerlegt, die Thonerde vom Eisen mittelst Kali geschieden und aus der salzsauren Lösung durch kohlensaures Ammoniak gefällt, nachdem sie vorher auf bekannte Art von Kieselsäure völlig befreit war.

Aber es war nicht alle Thonerde beim Auskochen des Silicats mit Wasser ungelöst geblieben und daher mit in die Lösung des phosphorsauren und kieselsauren Natrons gegangen, und verunreinigte daher die Phosphorsäure, welche durch Eisen (nach Berthier) gefällt wurde. Daher und weil die zugleich mit ausgeschiedene Kieselsäure nur durch Abdampfen der sauren Lösung zur Trockne wegzuschaffen ist, wobei eine Verflüchtigung von Phosphorsäure unvermeidlich, haben die Verf. jene Methode Berzelius's unanwendbar gefunden und die oben erwähnte mit Wein-

säure etc. beibehalten. Eben so verwerfen sie die Methoden von Fuchs, Ullgren und Reynoso.

Der Rückstand auf dem ersten Filter (a) von der Auflösung des Eisens in Salpetersäure, welcher die Kohle, Schlacke, Zinn und Titan enthielt, wurde auf beide letztere Metalle untersucht, da die übrigen Bestandtheile nach einer früher angegebenen Methode schon bestimmt waren. Gewöhnlich fanden sich nur Spuren von Zinn und Titan. Sie wurden durch Schmelzen mit Soda auf Kohle und mit Soda im Tiegel entdeckt, im erstern Fall gab es reducirtes Zinn, im zweiten titansaures Natron, aus welchem sich durch Zusatz von Säure Titansäure ausschied.

Um Arsenik, Antimon und Schwefel im Gusseisen zu ermitteln, nehmen die Verf. 5 Grm. und lösen sie in 1 Unze reiner Salpetersäure unter allmählichem Zusatz von 15 Grm. chlorsauren Kalis auf, dampfen zur Trockne, lösen in Salzsäure wieder auf, filtriren und fällen (nach Reinsch) Arsenik und Antimon durch Kupfer, schaben den Metallniederschlag ab und glühen in einer an beiden Seiten offenen Röhre. Das Sublimat von arseniger Säure wird mit dem abgeschnittenen Theil der Röhre gewogen, in Salzsäure gelöst und durch Rückwägen der Röhre bestimmt. Antimon ist in der Regel nicht vorhanden; man macht die Prüfung darauf zugleich mit der vorläufigen Prüfung im Marsh'schen Apparat, indem die schwarzen Flecken mit unterchlorigsaurem Natron behandelt werden.

Schwefel befindet sich als Schwefelsäure in der salzsauren Lösung und wird durch Chlorbaryum gefällt.