XXII.

Zur Bestimmung der Stickstoffkohle im Spodium.

Von

Franz Stolba in Prag.

Die beste Methode, den Stickstoffkohlen-Gehalt im Spodium zu bestimmen, beruht bekanntlich auf deren Abscheidung und Wägung; und es wird von derselben sehr häufig Gebrauch gemacht. Unangenehm und sehr zeitraubend ist jedoch hiebei der Umstand, dass man bei diesem Verfahren gezwungen ist, die Stickstoffkohle auf gewogenen Trockenfiltern zu sammeln und bis zum constant bleibenden Gewicht zu trocknen.

Da ich sehr häufig in die Lage komme, verschiedene Spodium-Analysen ausführen zu müssen, wurde von mir eine Abänderung des obigen Verfahrens versucht, welche es nicht nothwendig macht, gewogene Trockenfilter anwenden zu müssen, in Folge dessen viel rascher ausführbar ist und wie vergleichende Resultate gelehrt haben, ebenso genaue Resultate liefert, als die ursprüngliche Methode.

Das neuere Verfahren besteht nun im Folgenden: Je nachdem mehr oder weniger Stickstoffkohle vorhanden sein dürfte, worauf schon das äussere Ansehen der Probe hindeutet, werden 2 — 4 Grm. der feinertheilten Probe bis zur vollständigen Lösung des Phosphates mit Salzsäure gekocht. Die abgeschiedene Stickstoffkohle wird sodann auf einem kleinen und glatten ungewogenen Filter sorgfältig gesammelt, vollständig ausgessüsst und hiebei schliesslich darauf hingewirkt, dass das Unlösliche in der Spitze des Filters sich anhäufe.

Nach beendigem Abtropfen wird das Filter sorgfältig ausgebreitet und zunächst in mässiger Wärme getrocknet. Zum raschen Trocknen dient in diesem und in ähnlichen Fällen eine etwa einen Zoll dicke und sechs Zoll lange quadratische Platte von Gusseisen. Man erwärmt dieselbe mittelst einer entsprechenden Wärmequelle, bedeckt mit einer dünnen

Schicht Filtrirpapiers und legt das vorsichtig ausgebreitete Filter obenauf.

Das Trocknen geht auf diese Weise ungemein rasch vor sich, und kann diese Art zu trocknen auch bei anderen ähnlichen Gelegenheiten die besten Dienste leisten.

Nachdem Filter und Inhalt gehörig getrocknet sind, löst man die Stickstoffkohle mittelst einer Messerklinge vorsichtig und möglichst vollständig ab, und sammelt dieselbe in einem tarirten Platintiegel. In diesem wird die Stickstoffkohle bei 120° C. bis zum constanten Gewichte getrocknet, dann verbrannt und die zurückbleibenden Silicate gewogen.

Auf diese Weise hat man das Verhältniss ermittelt, in welchem im gegebenen Falle die reine Stickstoffkohle zu den Silicaten (Sand, Thon etc.) steht; denn zieht man von dem Gesamtgewichte das Gewicht der erhaltenen Silicate ab, so ergibt sich jenes der reinen Stickstoffkohle.

Es handelt sich nur noch um die Ermittlung der Quantität der am Filter zurückgebliebenen Stickstoffkohle und der Silicate.

Es ist einleuchtend, dass man zur Bestimmung des am Filter haftenden Silicats, dasselbe nur zu veraschen, den Rückstand zu wägen und nach Abzug der Filterasche in Rechnung zu bringen braucht, um das Gesamtgewicht der Silicate kennen zu lernen.

Um aber auch das Gewicht der am Filter haftenden Stickstoffkohle bestimmen zu können, gehe ich von der Voraussetzung aus: „dass das Verhältniss der Gewichte von reiner Stickstoffkohle und Silicat, die man im Platintiegel sammelte, jenem der entsprechenden am Filter gebliebenen Substanzen gleiche.“

Hievon ausgehend lässt sich nun die Menge der am Filter gebliebenen Stickstoffkohle mittelst einer Proportion leicht ermitteln, wie sich am besten an einem Beispiele ergibt.

2 Grm. Spodium ergaben nach entsprechender Behandlung 0,342 Grm. des bei 120° C. getrockneten Gemenges von Stickstoffkohle und Silicat. Dieses Gemenge hinterliess nach dem Veraschen 0,190 Grm. Silicat; also enthielt es auf 0,152 Grm. Stickstoffkohle 0,190 Grm. Silicat. Das veraschte

Filter hinterliess nach Abzug von 0,003 Grm. Filterasche 0,005 Grm. Silicat.

Es verhält sich nun 0,190 Grm. Silicat zu 0,152 Grm. Stickstoffkohle, gleich wie 0,005 Grm. Silicat zu x Stickstoffkohle, d. h.

$0,190 : 0,152 = 0,005 : x$ und hieraus folgt

$$x = \frac{0,152 \times 0,005}{0,190} = 0,004 \text{ Grm. Stickstoffkohle.}$$

Es wurde demnach im Ganzen gefunden:

$0,190 + 0,005 = 0,195$ Grm. Silicat und

$0,152 + 0,004 = 0,156$ Grm. Stickstoffkohle, und diess macht in Procenten:

Stickstoffkohle 7,8 p.C. (genau wie bei Anwendung von Trockenfiltern bei einem Gegenversuche).

Silicate 9,75 p.C.

Bezüglich der praktischen Ausführung muss noch hinzugefügt werden, dass es am besten ist, nach dem Abwägen des nach der Verbrennung der Stickstoffkohle rückständigen Silicates, das Filter auf dem entsprechenden Platintiegeldeckel zu veraschen, da sich alsdann die wenigen Mgrm. Mehrgewicht sehr rasch ermitteln lassen.

Es handelt sich nur noch um eine Besprechung der oben-erwähnten Voraussetzung, welche dem hier beschriebenen Verfahren zu Grunde liegt. Trifft die Annahme der Gleichheit des Verhältnisses zwischen den entsprechenden Antheilen auch in der That ein?

Um diese Frage beantworten zu können, genügt es, Analysen nach der von mir *soeben beschriebenen* Methode und dann nach der *gewöhnlichen* anzustellen und die gewonnenen Resultate *zu vergleichen*, und man wird so übereinstimmende Zahlen erhalten, dass sich ergibt, diese Annahme komme der Wahrheit jedenfalls sehr nahe.

Man sollte zwar meinen, dass der schwerere Sand, Thon etc. tiefer in das Filter eindringen, mit der Stickstoffkohle ungleichmässig gemengt seien u. dgl.; allein dieser Umstand wird wieder dadurch ausgeglichen, dass das Filter zuerst mit der Stickstoffkohle in Berührung gelangt und dass diese am

selben hartnäckiger haftet. Zudem handelt es sich schliesslich um so kleine Zahlen, dass man auch im Falle sehr merklicher Differenzen in der Mischung keinen sehr bedeutenden Fehler begehen kann, da man aus dem *Grösseren* aufs *Kleinere* schliesst.

Um diese Methode auch dort mit Erfolg anwenden zu können, wo man es entweder mit einem ganz reinen Spodium zu thun hat, oder mit einem solchen, welches sehr wenig Silicate enthält, muss man beim Auflösen etwas Quarzmehl von gleicher Feinheit hinzufügen.

Auf die Beschaffenheit des Spodiums weist übrigens, wenn es in Stückchen vorkommt, schon das blosse Ansehen, wenn es staubförmig ist, ein rasch ausführbarer Versuch oder die mikroskopische Prüfung hin.

Bei Anwendung von reinem Spodium, welches keine in Salzsäure unlöslichen Mineralstoffe enthält, kann man eine ungewogene Menge von Quarzmehl zusetzen, etwa 0,2 bis 0,3 Grm. und verfährt dann, wie bereits beschrieben worden, indem man hiebei die angegebenen Vorsichtsmassregeln beachtet.

Bei einem an Mineralstoffen armen Spodium muss man gewogene Mengen von Quarzmehl anwenden und hierauf sorgfältig in Rechnung, respective Abzug, bringen.

Es ist dieser Zusatz von Quarzmehl in diesem Falle deswegen besonders angezeigt, weil es ja immer genauer ist, aus einer merklichen Menge Silicats eine kleine Menge Stickstoffkohle zu berechnen als umgekehrt; auch ist es einleuchtend, dass, wenn am Filter nur kaum wägbare Mengen von Silicaten haften geblieben sind, man die Menge der Stickstoffkohle nur ungenau zu berechnen im Stande wäre.

Es ist bereits angegeben worden, dass das eben beschriebene Verfahren sehr übereinstimmende Resultate liefert, wenn man nur die angegebenen Vorsichtsmassregeln befolgt und mit Sorgfalt arbeitet. Auch der Zeitgewinn ist ein sehr bedeutender und es genügen, wenn Alles früher gehörig vorbereitet worden, zwei bis drei Stunden zu einer solchen Bestimmung.

Selbstverständlich lässt sich ein *ähnliches Bestimmungsverfahren* auch in *einigen anderen analogen Fällen* mit Vortheil anwenden.

XXIII.

Die quantitative Bestimmung des Bleis durch Fällung der Bleisalze mit Zink.

Von

Franz Stolba in Prag.

Die Reduction gewisser Metalle aus ihren Salzen durch Zink oder Cadmium auf nassem Wege bietet bekanntlich oft ein vortreffliches Mittel, die Quantität des betreffenden Metalles auf eine ebenso einfache als genaue Art bestimmen zu können.

Diess gab Veranlassung, in dieser Beziehung auch mit Bleisalzen Versuche anzustellen, obgleich wegen der so bedeutenden Oxydirbarkeit des Bleies zu erwarten stand, dass hier manche Schwierigkeit eintreten dürfte, die anderswo nicht vorkömmt.

Es wurden Versuche mit den verschiedensten löslichen und unlöslichen Bleisalzen und zwar in folgender Art angestellt.

Die betreffende Verbindung, welche selbstverständlich bei der Reduction ausser dem Metalle weiter nichts Unlösliches abscheiden darf, wurde in einem Platinschälchen mit einer genügenden Menge Wasser und etwas reiner Salzsäure versetzt, ein glattes Stückchen reinen Zinkes zugesetzt und im Wasserbade erwärmt.

Als solches diente einfach ein emailirter gusseiserner Topf, worin Wasser im Kochen erhalten wurde, und welcher mit einer passend gewählten Filtrirschale bedeckt war. Auf die Platinschale wurde ein Uhrglas gelegt.

Die Reduction des Bleisalzes beginnt sehr bald und das Zinkstück überzieht sich mit einem Bleimantel, der sich durch sanftes Drehen mittelst eines feinen Glasstäbchens leicht ablösen lässt.