Die procentische Zusammensetzung:

Schwefel.....	27,000	Proc.
Eisenoxyd *) ...	1,482	"
Schwefelarsen...	0,917	"
Antimon	70,601	"
	100,000	

III. Die quantitative Analyse des Rosenauer Schwefelantimons, wovon ich 1,48 Grm. in Arbeit nahm, ergab nach derselben Methode:

Schwefel.....	29,55	Proc.
Eisenoxyd *)	2,36	"
Schwefelarsen ...	0,373	"
Antimon	76,687	"

IV. Die auf gleiche Weise von mir ausgeführte quantitative Analyse des Luxemburger Antimons, wovon ich 1,11 Grm. in Arbeit nahm, ergab:

Schwefel.....	28,325	Proc.
Schwefelarsen ..	0,592	"
Eisenoxyd *) ...	2,040	"
Antimon	69,079	"

Ueber Behandlung von Holzaschen und deren Prüfung auf ihren Gehalt an freiem oder kohlen-saurem Kali;

von

Dr. Gräger.

Die Untersuchung von Holzaschen auf ihren Gehalt an kohlen-saurem oder Aetzkali für technische Zwecke ist nicht immer eine leicht und genau ausführbare Arbeit, sie ist wenigstens stets mit einem grossen Aufwande an

*) Die Angabe des Eisenoxydes ist in sämtlichen Analysen unrichtig, III. und IV. zählen nicht genau 100, was bei der Bestimmung des Schwefels durch Verlust der Fall sein muss. Rdt.

Zeit verknüpft. Wenn die Asche lediglich kohlen-saures Kali enthielte, so würde zur Erreichung des Ziels, der Bestimmung dieses Gehalts an kohlen-saurem Kali, ein einfaches Auswaschen der Asche genügen. Allein die meisten Holzaschen enthalten neben kohlen-saurem Kali auch kieselsaures Kali, welches nur äusserst schwierig vollständig durch Auslaugen sich gewinnen lässt, daneben aber auch, wenn die Asche nicht lange an freier Luft gelegen hat, nicht selten einen grossen Antheil von Aetzkalk, der die Zersetzung des kieselsauren Kalis begünstigt und die Arbeit, bei gehöriger Vorsicht, bedeutend abkürzt. Man muss nämlich eine solche Asche, ehe man mit dem wirklichen Auswaschen beginnt, einige Stunden (6 bis 8) mit dem Wasser digeriren, wobei sich der Process der allmäligen Umsetzung mittelst eines in die Mischung gestellten Thermometers, recht gut verfolgen lässt. Es findet eine allmälige Temperatur-Erhöhung und dann eine eben solche Abnahme statt, und erst wenn die Temperatur stationair geworden ist, darf man den Process für vollendet ansehen und mit dem Auswaschen beginnen. Wenn sich bei einer Asche, die kieselsaures Kali enthält, der vorhanden gewesene Aetzkalk in kohlen-sauren Kalk verwandelt hat, so erscheint es kaum möglich, alles nutzbare Kali mittelst Auswaschens aus der Asche zu gewinnen, die Asche heisst alsdann verderben. Man kann ihr aber dennoch allen Kaligehalt ziemlich leicht entziehen, wenn man sie vor dem Auslaugen mit etwa 10 Proc. Kalkhydrat und Wasser digerirt. Asche, die sehr lange an der Luft liegt, kann wirklich verderben, d. h. den grössten Theil ihres Alkali-gehalts verlieren, wahrscheinlich dadurch, dass sich sal-petersaures Kali bildet. Ich habe in Asche, die frisch 12,5 Proc. kohlen-saures Kali enthielt, nach drei Jahren, wo sie der Luft ausgesetzt gewesen war, nur noch 3,0 Procent kohlen-saures Kali gefunden, und es ist sehr glaub-lich, dass Salpeterbildung statt gefunden habe; wissen wir doch, auf welche Weise der Salpeter bei uns früher

im Grossen dargestellt worden ist. Alle diese Umstände sind bei der Behandlung der Holzasche behufs ihrer Verarbeitung von Pottasche von grosser Wichtigkeit, indem das Auslaugen immer derjenige Process bleiben wird, vermittelt welches man den Kaligehalt derselben erschöpft. Zur Prüfung ihres Gehalts an nutzbarem Kali habe ich jedoch ein anderes, schneller zum Ziele führendes Verfahren eingeschlagen. Und dieses gründet sich auf die maassanalytische Bestimmung.

Der Weg zur Erreichung des Ziels erscheint zwar in der Beschreibung etwas umständlich, die Ausführung selbst ist jedoch sehr einfach und bald bewirkt.

Man wägt von der zu untersuchenden und fein geriebenen Asche eine beliebige Menge ab, rührt sie mit etwas Wasser und digerirt sie heiss mit einer genau bestimmten Menge Salzsäure. Das Ganze muss nach hinlänglicher Digestion entschieden sauer reagiren, um sicher zu sein, dass alle Basen mit Salzsäure verbunden sind. Man filtrirt, wäscht aus und titirt, d. h. bestimmt den Säureüberschuss durch Aetznatron, wobei in der Regel ein schwacher Niederschlag, wahrscheinlich von phosphorsaurem Eisenoxyd, Thonerde und Kalk entsteht. Die so gefundene Menge der Säure bringt man von der zuerst angewendeten Menge in Abzug und fügt nun dem Ganzen die dem Rest von Salzsäure genau entsprechende Menge kohlen. Kalis zu, erwärmt und filtrirt von dem sich dann schnell absetzenden kohlen-sauren Kalk. Die Flüssigkeit enthält dann die ganze Menge des als kohlen-saures, kiesel-saures und Aetzkali in der Asche enthalten gewesenen Kalis als kohlen-saures Kali, was nun durch Titriren mittelst Oxalsäure oder Salzsäure, wobei die Flüssigkeit heiss gehalten werden muss, leicht gefunden werden kann. Wird mit der erforderlichen Genauigkeit gearbeitet, die ja überhaupt jede chemische Operation erfordert, so erhält man äusserst genaue Resultate, die nur dann, wenn die Asche zugleich eine grössere Menge Bittererde enthielt, etwas zu hoch ausfallen dürften.

Folgendes Beispiel mag den Gang der Operationen noch einmal veranschaulichen. Es wurden 5,00 Grm. feingeriebener Asche mit etwas Wasser und 105,00 C.C. Salzsäure von 3,646 Proc. wasserfreiem Salzsäuregehalt digerirt und dann filtrirt. Die Flüssigkeit reagirte sauer und erforderte zur Neutralisation 1,15 C.C. Aetznatronlösung. In Rechnung zu nehmende Salzsäure daher 103,85 C.C. = 3,785 Grm. Diesen entsprechen 7,174 Grm. KO, CO², die der neutralen Flüssigkeit zugesetzt wurden.

Nach der Abscheidung des kohlensauren Kalks und der Filtration der Flüssigkeit erforderte der 4te Theil derselben zur Neutralisation 2,51 C.C. Oxalsäurelösung, das Ganze daher 10,04 C.C. entsprechend. 0,694 Grm. kohlensaures Kali, 10 Grm. Asche daher 1,388 Grm. = 13,88 Procent.

Die ganze Arbeit hatte nicht 2 Stunden Zeit in Anspruch genommen. Die Untersuchung derselben Asche auf dem Wege des Auslaugens ergab 14,125 Proc. KO, CO², wobei zu berücksichtigen ist, dass man, wenn Aetzkalk in der Asche vorhanden, immer eine kleine Menge davon auch in die Lauge übergeht.

Wer öfters Asche zu prüfen hat, wird wohl thun, sich eine Salzsäure von dem 4fachen Gehalte des Aequivalents zu titriren und eine solche zur Auflösung der Aschen zu verwenden; auch ist anzurathen, die saure Flüssigkeit in verschiedenen Portionen mit Natronlauge zu titriren, um, da dies gerade der difficulteste Punct der ganzen Arbeit ist, mehrere Versuche damit machen zu können, aus welchen man, wenn man sie alle für gleich gut gelungen hält, das Mittel nimmt, oder die man, wenn dies nicht der Fall ist, ganz verwirft; ganz ebenso kann man später auch beim Titriren der alkalischen Lösung verfahren.