Bestimmung des Schwefels in Schwefelkiesen und Kupferkiesen.

J. Pelouze (Compt. rend. LIII. 685) empfiehlt zur Bestimmung des Schwefels in Kiesen und Rückständen vom Rösten der Kiese ein neues maassanalytisches Verfahren. Die Grundlage desselben ist folgende: Schmelzt man das gepulverte Schwefelmetall mit chlorsaurem Kali und einer genau gewogenen Menge kohlensauren Natrons (unter Zusatz von Kochsalz, um ein zu lebhaftes Verbrennen zu hindern), so geht der Schwefel in Schwefelsäure über, welche einen Theil des Natron's (oder Kali's, was für das Resultat der Analyse gleichgültig ist) sättigt. Zur Neutralisation der ganzen ursprünglich zugesetzten Menge von kohlensaurem Natron würde eine bestimmte Menge einer titrirten Säure erforderlich gewesen sein, zum Neutralisiren der aus der Schmelze mit heissem Wasser ausgelaugten Flüssigkeit gebraucht man natürlich weniger, und zwar in demselben Maasse weniger, als die Menge des zu Schwefelsäure verbrannten Schwefels grösser ist, so zwar, dass die Differenz zwischen der Säuremenge, welche dem angewandten kohlensauren Natron entspricht und der zur Neutralisation der Schmelzlauge gebrauchten der Ausdruck für den Schwefel in dem angewandten Kiese ist, wenn man für 1 Aeq. Säure 1 Aeq. Schwefel setzt.

Diess das Princip. Ob man die alkalimetrische Bestimmung nach der in Frankreich üblichen Descroizilles-Gay-Lussac'schen Methode und mittelst einer Schwefelsäure von 100 Grm. HO , SO_3 im Liter, wie diess Pelouze empfiehlt, oder nach der in Deutschland jetzt mehr gebrauchten Fr. Mohr'schen Methode mittelst Normalsäure und Rücktitrirung mit Normalnatronlauge ausführt, ist für die Sache natürlich an und für sich gleichgültig. Doch dürfte letzteres Verfahren auch hier als das genauere und die Rechnung erleichternde den Vorzug verdienen. Bei der Gay-Lussac'schen Schwefelsäure entsprechen 1000 CC. 100 Grm. HO , SO_3 oder 32,653 Grm. Schwefel, bei den Aequivalent-Normalsäuren entsprechen 1000 CC. 49 Grm. HO , SO_3 oder 16 Grm. Schwefel.

Ausführung des Verfahrens. Man mengt 1 Grm. höchst fein zerriebenen Kiesel mit 5 Grm. (genau gewogen) vollkommen reinem und wasserfreiem kohlensauren Natron¹⁾, fügt 7 Grm. (annähernd gewogen) chlorsaures Kali und 5 Grm. (annähernd gewogen) geschmolzenes oder wenigstens ganz entwässertes Kochsalz zu, mischt genau und erhitzt

¹⁾ Sollte solches nicht zur Hand sein, so liesse sich der Versuch auch mit einem nicht ganz reinen kohlensauren Natron ausführen; nur müsste man alsdann durch eine besondere Probe ermitteln, wie viel der titrirten Säure 5 Grm. entsprechen.
R. F.

das Gemenge während 8—10 Minuten nach und nach bis zur dunklen Rothgluth in einem schmiedeeisernen Löffel. Nach dem Erkalten behandelt man 5—6 Mal mit heissem Wasser. Die Lösung bringt man mittelst einer Pipette auf ein Filter. Zuletzt kocht man den Rückstand mit Wasser aus und wäscht ihn auf dem Filter vollends mit siedendem Wasser aus. Filtrate und Waschwasser werden schliesslich nach einer der oben genannten Methoden alkalimetrisch bestimmt und der Schwefelgehalt in angegebener Art berechnet. Eine aus Quarz, Schwespath oder Kalkstein bestehende Gangart übt keinen störenden Einfluss auf das Verfahren aus. Der Sicherheit wegen prüft man schliesslich den unlöslichen Rückstand der Schmelze durch Behandeln einer Probe mit Salzsäure ob er schwefelfrei ist.

Pelouze hat sich überzeugt, dass bei der Oxydation der Kiese durch die genannten Schmelzmittel schweflige Säure nicht auftritt. Das Verfahren erfordert 30—40 Minuten Zeit und liefert Resultate, welche nur um 1—1½ Proc. von dem wahren Gehalte abweichen. Es wird diess von dem Verfasser auf Grundlage mehrfacher Versuche ausdrücklich hervorgehoben.

Bei Anwendung der Methode auf geröstete Kiese bleibt der Zusatz von Kochsalz weg. — P. nimmt 5 Grm. gerösteten Kies, 5 Grm. reines wasserfreies kohlen-saures Natron und 5 Grm. chlo-saures Kali. Im Uebrigen bleibt sich das Verfahren gleich.

Verlust an kohlen-saurem Natron hat zur Folge, dass man den Schwefelgehalt zu hoch findet. Die beim Schmelzen zuzusetzende Kochsalzmenge kann man nach der Beschaffenheit der Kiese ändern und sie steigern, bis die Oxydation ohne Feuererscheinung erfolgt.

Zur Analyse des Roheisens. Bereits im ersten Hefte dieser Zeitschrift Seite 112 habe ich auf die Methode von Weyl aufmerksam gemacht, Gusseisen unter Anwendung eines galvanischen Stromes zu lösen. Mittlerweile hat der Verfasser seine Methode in einem weiteren Aufsatz (Pogg. Annal. 114. 507) etwas ausführlicher entwickelt. Ich ergänze daher das früher Mitgetheilte in Folgenden.

Das zu lösende Eisenstück wird durch eine mit Platinspitzen versehene Pincette, in welche der positive Poldraht endet, gehalten und taucht nur so weit in die Säure ein, dass die Berührungsstellen zwischen Pincette und Eisen nicht von derselben benetzt werden, weil sonst, wenn diess stattfände, durch die zwischen den Platinspitzen und dem Eisen ausgeschiedene Kohle sehr bald der ganze Lösungsprocess gestört würde. — Die Regulirung des Stromes und somit die Verhinderung der Bil-