

machen empfiehlt der Verf. die Anwendung einer starken Lösung von schwefliger Säure, die in der Kälte selbst nach 24 stündigem Stehen keinen Einfluss auf den in Lösung befindlichen Rohrzucker ausübt und ausserdem den Vortheil besitzt, dass sie die Flüssigkeit stark bleicht. Auch die Zuckerbestimmung von Fehling soll nach dem Verf. ungenau werden, wenn Bleiessig zum Entfärben der Zuckerlösung angewandt wurde, da alsdann ausser dem Kupfer auch Blei reducirt werde.

**Methode zum Trocknen zuckerhaltiger Flüssigkeiten.** Führt man das Trocknen zuckerhaltiger Flüssigkeiten nach Stammer so aus, dass man die Flüssigkeit in einem Strome trockner Luft erwärmt, so erhält man oft eine glasige Masse, die noch einige Procente Wasser enthält, welche sich nur sehr schwer austreiben lassen. Serrurier\*) empfiehlt daher die zu trocknende Flüssigkeit mit  $\frac{1}{2}$  Vol. Alkohol zu versetzen, beim Trocknen erhält man so eine poröse Masse, welche schnell constantes Gewicht annimmt.

---

#### IV. Specielle analytische Methoden.

Von

**W. Casselmann und C. Neubauer.**

##### 1. Auf Lebensmittel, Handel, Industrie, Agricultur und Pharmacie bezügliche.

Von

**W. Casselmann.**

**Technische Bestimmung des Bleies in Erzen und metallurgischen Fabrikaten.** A. Mascazzini\*\*) wendet für diesen Zweck dasselbe Princip an wie F. H. Storer\*\*\*), nämlich die Reduction, welche metallisches Zink bei Contact mit verdünnter Salzsäure auf Bleioxyd und Bleioxydsalze ausübt. Das reducirt Blei wird mit einem reducirend wirkenden Flussmittel zusammen geschmolzen und, nach der Reinigung von der Schlacke, gewogen. Bei dem Probiren einer schwefelhaltigen Bleiverbin-

---

\*) Chem. Centralblatt, 1871, p. 427.

\*\*) Annali di chim. appl. alla Medic. Octob. 1867.

\*\*\*) Chem. News. Bd. 21, p. 137. — Diese Zeitschr. Bd. 9, p. 514.

dung ist es nothwendig, dieselbe erst in schwefelsaures Bleioxyd überzuführen \*), welcher Zweck nach dem Verfasser am bequemsten durch Calcination mit schwefelsaurem Ammon erreicht wird. In diesem Falle verfährt er folgendermaassen: 1 Theil der sehr fein gepulverten Substanz wird mit 2 Theilen trocknen schwefelsauren Ammons innig gemengt und in einem geräumigen Porcellantiegel, der mit einer Schale bedeckt ist, zuerst schwächer, zuletzt, wenn das Aufblähen nachgelassen hat, bis zur Rothgluth erhitzt, und letztere Temperatur so lange unterhalten, als noch Dämpfe von  $\text{HO}$ ,  $\text{SO}_3$  entweichen. Um den, in Folge des Spritzens, welches nicht vollständig zu vermeiden ist, entstehenden Verlust möglichst unschädlich zu machen, operirt der Verfasser mit 25 Grm. Probe-Substanz.

Die erkaltete Masse wird mit Wasser in einen Kolben gebracht, dann mit der nöthigen Menge gepulvertem metallischem Zink sehr innig durch Umrühren gemischt, und mit wenig verdünnter Salzsäure angesäuert. Der Zusatz von kleinen Quantitäten dieser letzteren, unter gleichzeitigem öfteren Umrühren, ist so lange fortzusetzen, als sich noch Wasserstoff entwickelt. Bezüglich der Menge des anzuwendenden Zinks, kann zwar eine allgemein gültige Angabe im Voraus nicht gemacht werden, doch kann man sich von der Thatsache leiten lassen, dass für 1 Theil reinen Bleiglanz 2 Theile Zink hinreichen, vorausgesetzt, dass Zink und Probe fein gepulvert und innig gemengt waren. Zink und Salzsäure müssen möglichst rein sein. Im Falle es nicht möglich ist, das reducirte Blei sogleich zu waschen und zu sammeln, empfiehlt es sich eine Zinkstange in den Kolben zu stecken.

Das Auswaschen geschieht nach vollendetem Reductionsprozess zuerst durch Decantation, dann in der Weise, dass der Bleischwamm mittelst eines Spatels zu einem festen Kuchen zusammengedrückt wird, welcher mit Wasser, dem man einen Tropfen Schwefelsäure zusetzen kann, nun vollständig ausgewaschen wird. Das Blei wird nun noch feucht in einen Tiegel gebracht, getrocknet und mit der  $1\frac{1}{2}$ —2fachen Menge einer Mischung von 13 Th.  $\text{KaO}$ ,  $\text{CO}_2$ , 10 Th.  $\text{NaO}$ ,  $\text{CO}_2$ , 5 Th. geschmolzenem Borax und 5 Th. Stärke gemengt und geschmolzen bis die Salzdecke ruhig geschmolzen erscheint und der Regulus sich gut vereinigt hat.

Dieselbe Methode kann nach dem Verfasser angewendet werden zur Bestimmung des Bleies und daher auch des Silbers in Bleiweiss, in der

---

\*) Nach Storer ist dies nicht nothwendig, wenn der Bleiglanz kein anderes schweres Metall enthält. S. a. a. O.

Mennige, in Silberglätte, ferner zum Probiren der Mineralien, die reich an Gold und Silber sind, und unter Anwendung einiger (nicht angegebenen) Modificationen in der Auswahl der Schmelzzusätze, zur Bestimmung des Antimons, des Zinns und auch des Kupfers. Sollte in den auf Gold und Silber zu prüfenden Erzen nicht eine genügende Menge Blei schon enthalten sein, so ist eine gewisse Menge Bleioxyd oder Bleisalz zuzusetzen.

**Zu den Gold- und Silberproben.** Für Laboratorien, in denen continuirlich Goldproben ausgeführt zu werden pflegen, wird ein von Johnson, Matthey & Comp. \*) in London beschriebener Apparat sehr zweckmässig sein.

Der Apparat ist Taf. IV, Fig. 7 bis 13 abgebildet. 16 bis 100 Stück mit Nummern versehene Platinröhrchen K nehmen die Goldsilberöllchen auf, werden in ein Gestell von Platina B nebeneinander gebracht und damit unter Anwendung des Platinhalters H in die mit Salpetersäure versehene erste Platinpfanne A eingesetzt. Die beim Auflösen gebildeten Gase und Dämpfe durchstreichen den Porcellancondensator C, in welchem sich ein Theil der Salpetersäure verdichtet, während die nicht condensirten Gase durch a in den Schornstein entweichen. Das zweite Kochen mit stärkerer Säure geschieht in der Platinpfanne A', das dritte wieder in A. Die durch Gasbrenner erhitzten Pfannen stehen in einem Schieferkasten D mit Porcellanstützen. Das Ausglühen der Röllchen geschieht auf dem mit Platin belegten Gestellhalter E. Die Platinglühmuffel F passt in eine Thonmuffel. G ist ein Waschgefäss von Porcellan.

Die Vortheile, welche der Apparat bieten soll, bestehen nach den Verfassern in der grossen Reinlichkeit und Bequemlichkeit der Arbeit, in 50 Proc. Ersparniss an Säure und 75 Proc. an Arbeit, Zeit, Brennmaterial und dem nöthigen Raum, sowie auch in Ersparniss an Reparaturkosten, an Arbeitslohn, endlich aber in der Garantie, welche er für die absolute Genauigkeit der Resultate darbietet. — Obgleich der Apparat an und für sich etwas kostspielig ist, so werden doch bei seiner Unzerbrechlichkeit und sehr geringen Zerstörbarkeit und bei dem Umstande, dass er stets noch als altes Material einen grossen Theil seines Werthes behält, Verluste durch fortwährende Ausgaben für Reparaturen und Erneuerungen, welche bei dem bisher üblichen Glasapparate nothwendig sind, vollständig vermieden. Die ganze Operation kann unter Aufsicht eines

---

\*) Berg- und Hüttenmänn. Ztg. durch Polyt. Centralbl. 1870, p. 1563. — Der Apparat ist auch von H. Rössler in Frankfurt a. M. zu beziehen.