

Analysen:

I. 0,5658 Grm. angewandte Substanz gaben 0,7100 PbSO_4 = 0,4850 Grm. Pb; ferner 0,5589 BaSO_4 = 0,0767 Grm. S und 0,0026 Grm. Gangart.

II. 0,8662 Grm. Bleiglanz lieferten 1,1115 PbSO_4 = 0,7500 Grm. Pb; ferner 0,8397 BaSO_4 = 0,1152 Grm. S und 0,0038 Grm. Gangart.

Gefunden:		Theorie:	
I.	II.		
Pb = 85,73 %	86,58 %	86,60 %	
S = 13,56 „	13,29 „	13,40 „	
Gangart = 0,40 „	0,38 „	—	
99,69 %	100,25 %	100,00 %	

III.

Analyse des Bleiglanzes auf trockenem Wege durch Erhitzen desselben in einem mit Brom beladenen Luftstrome;

von

P. Jannasch und Th. Bickes.

Die hier angewandte Methode ist die, deren Princip von dem einen von uns herstammt und in diesem Journale 40, 230 näher beschrieben wurde.

Das Brom wirkt, im Gegensatz zu dem Sauerstoff, äusserst leicht auf das natürliche Bleisulfid ein, indem schon in der Kälte sich eine deutliche Reaction durch Auftreten von öligen Schwefelbromidtröpfchen bemerkbar macht. Bei mässiger Hitze, erzeugt durch eine über zollhohe, fächernd hin und her bewegte Gasflamme, geht die Zersetzung lebhaft von Statten, und nur zum Schluss braucht man die Erhitzung bis zum Schmelzen des entstehenden Bleibromides zu steigern, worauf man noch so lange erhitzt, bis sich kein Anflug mehr in dem vorderen Theile des Rohres zeigt. Das Bleibromid selbst ist unter den gegebenen Verhältnissen absolut unflüchtig. Wenn keine Einwirkung mehr von Seiten des Broms stattfindet, lässt man zunächst etwas im Bromstrome erkalten, zieht das Schiffchen mit einem Metalldrahthäkchen heraus, stellt es unter einen Exsiccator und wägt es nach dem Erkalten. Darauf wird der Inhalt des Schiffchens in einer Porcellanschale mit frisch

bereitetem, concentrirtem Chlorwasser übergossen, erwärmt, alles entstandene Bleichlorid durch Zusatz von heissem Wasser und etwas Salpetersäure gelöst, von der Gangart abfiltrirt und endlich als Sulfat nach bekannter Art gefällt. Bei der Wägung des Bleisulfats ist besonders zu beachten, dass sich bei der Verbrennung des Filters im Porcellantiegel kein metallisches Blei reducirt. In einem solchen Falle muss der Aschenrückstand mehrmals mit verdünnter Salpetersäure eingedampft werden, worauf man etwas Wasser und einige Tropfen Schwefelsäure hinzufügt, abraucht und erst nun die auf einem flachen, glatten Porcellanschälchen bei Seite gestellte Hauptmasse des getrockneten Bleisulfats in den Tiegel gibt und alles ausglüht.

Die Verarbeitung der Vorlageflüssigkeiten geschieht wie dies a. a. O. früher beschrieben worden ist.

Analyse:

0,5052 Grm. Substanz gaben 0,7743 Grm. PbBr_2 = 0,4367 Grm. Pb und 0,6376 Grm. PbSO_4 = 0,4356 Pb; ferner 0,4956 Grm. BaSO_4 = 0,0680 S und 0,0019 Grm. Gangart.

Gefunden:		Theorie:
Pb	= 86,22 % ¹⁾	86,60 %
S	= 13,47 „	13,40 „
Gangart	= 0,38 „	—
<hr/>		<hr/>
100,07 %		100,00 %

Die im Vorhergehenden beschriebene gewichtsanalytische Methode der Bleiglanz-Analyse ist wohl unstrittig die einfachste, über welche wir zur Zeit verfügen. Sie genügt, was Genauigkeit, Sicherheit und Schnelligkeit in der Ausführung betrifft, allen Anforderungen, die man an eine brauchbare, quantitative Bestimmung stellen darf. Bei Bleiglanzproben von sehr hoher Reinheit bietet die Wägung des in dem Schiffchen befindlichen Bleibromids eine recht schätzenswerthe Controllbestimmung.

¹⁾ Aus der Wägung des im Schiffchen zurückgebliebenen Bleibromids berechnet sich die Zahl 86,44 %.