Das Verhältniss von Alkohol zu Glycerin schwankt von 100 : 9,6 bis 100 : 7.

Nach Abzug der Gesamtsäure vom Extract bleibt im Maximum 2,155, im Minimum 1,232, nach Abzug der fixen Säure 2,235 und 1,295.

Das Verhältniss von Asche zu Extract schwankt von 1 : 8,5 bis 1 : 13,1; das der Phosphorsäure zur Asche von 1 : 4 bis 1 : 8,1.

Zur Bestimmung von Eisenoxyd neben Thonerde.

Von

Ed. Donath und R. Jeller.

Bekanntlich pflegt man bei der so häufig vorkommenden Bestimmung von Eisenoxyd und Thonerde neben einander zumeist nur das Eisen maassanalytisch nach Marguerite zu bestimmen und die Thonerde aus der Differenz zu berechnen. Diese vortreffliche Methode ist aber immer noch etwas langwierig, da man das Eisenoxyd zunächst entweder durch Schmelzen des beide Körper enthaltenden geglühten Niederschlages mit Kaliumbisulfat, oder durch Kochen mit concentrirter Salzsäure und nachheriges Abdampfen mit Schwefelsäure in schwefelsaure Lösung überzuführen hat, in welcher das Eisenoxyd schliesslich durch Zink zu Oxydul reducirt werden muss.

Es lag die Idee nahe, diese Reduction noch vor der Auflösung des Eisenoxydes zu bewerkstelligen.

Glüht man Eisenoxyd in einem bedeckten Porzellantiegel mit Zinkstaub oder feinst gefeiltm Zink, so erfolgt bald eine energische Reaction, die sich mitunter selbst durch ein durch die Tiegelwände wahrnehmbares Erglühen bemerkbar macht. Das Eisenoxyd wird vollständig zu metallischem Eisen reducirt, und die unter der weissen Decke von gebildetem Zinkoxyd befindliche grauschwarze, schwammige Masse löst sich in mässig verdünnter Schwefelsäure (1 Theil Schwefelsäure auf 2 bis 3 Theile Wasser) selbst in der Kälte, sehr rasch aber beim Erwärmen auf.

Man erzielt auf diese Weise viel schneller eine das Eisen schon als Oxydul enthaltende schwefelsaure Lösung, welche nach entsprechender Verdünnung sofort mit Chamäleon titrirt werden kann.

Um nun auf die geschilderte Art das Eisenoxyd neben Thonerde zu bestimmen, wird der beim Gang der Analyse erhaltene, aus beiden

Körpern bestehende, zerriebene Rückstand in einem Porzellantiegel mit ungefähr dem gleichen Volumen Zinkstaub oder feinsten Zinkfeile gemischt, mit einer kleinen Menge letzterer überschichtet und nach dem Bedecken des Tiegels 5—8 Minuten lang heftig geglüht. Die erkaltete, leicht aus dem Tiegel entfernbare Masse wird nun in einen etwas geräumigeren Kolben gebracht, die am Tiegel und Deckel haftenden Reste werden durch einfaches Uebergiessen mit der, wie angegeben, verdünnten Schwefelsäure weggelöst, in den Kolben gespült und der Inhalt des letzteren nach weiterem Zusatz von verdünnter Schwefelsäure zum Kochen gebracht. Es ist hierbei nicht einmal nöthig, den Kolben, wie wir es anfangs stets thaten, mit einem mit Krönig'schem Ventil versehenen Pfropfen zu verschliessen, da die Lösung in längstens 10—15 Minuten ohne jedwede Oxydation erfolgt, wie die vorgenommenen Prüfungen mit Rhodankalium gezeigt haben.

Was das angewandte Zink betrifft, so ist Zinkstaub wegen energischerer Reaction und nachheriger rascherer Auflösung vorzuziehen. Der käufliche Zinkstaub enthält jedoch immer nicht unbeträchtliche Mengen von Eisen und anderen Chamäleon reducirenden Substanzen, deren Gehalt vorher auf selbstverständliche Weise bestimmt und vom Resultat in Abzug gebracht werden muss*), was eine Wägung des verwandten Zinkstaubes nothwendig macht. Die aus reinem, eisenfreiem Zink mit den härtesten Feilen erzeugten Feilspäne erwiesen sich mechanisch mit Eisen ziemlich stark und ungleichmässig verunreinigt, konnten aber durch Ausziehen mittelst eines kräftigen Hufeisenmagneten ganz eisenfrei erhalten werden. Am besten dürfte sich das käufliche Zincum pulveratum purissimum zu dem beschriebenen Verfahren eignen. Das uns zu Gebote stehende Präparat erwies sich jedoch als unbrauchbar, da es mehrere Procente Zinn enthielt. Da Thonerde und Chromoxyd durch Glühen mit Zink nicht reducirt werden, so dürfte sich das Verhalten des Eisenoxydes auch zur gewichtsanalytischen Trennung der genannten Körper, analog der Methode von Rivot**) eignen***). Wir haben vorläufig versucht, das besprochene Verfahren zu einer expeditiven und dabei exacten Gehaltsbestimmung der Eisenerze anzuwenden. Die ausgeführten

*) Der von uns benutzte Zinkstaub enthielt 0,23 % an Chamäleon reducirenden Substanzen.

**) Fresenius, quant. Analyse, 6. Auflage, Seite 580.

***) Die Versuche, Chromeisenstein durch Glühen mit Zinkstaub durch Säuren leichter aufschliessbar zu machen, ergaben negative Resultate.

Versuche haben gezeigt, dass in der That bei allen Eisenerzen, die Eisen nur als Oxyd enthalten, durch Glühen mit Zinkstaub oder Zinkfeile vollständige Reduction und Aufschliessung erfolgt, wie dies zum Beispiele bei gerösteten Spatheisensteinen der Fall war, welche nach dem in Rede stehenden Verfahren denselben Eisengehalt ergaben, wie nach dem sonst üblichen (Aufschliessen durch Schmelzen mit kohlen-säurem Alkali und Reduction der bewerkstelligten Lösung).

Eisenerze und Schlacken, welche Eisen in Form von Oxydul enthalten, ergaben nach diesem Verfahren beträchtlich niedrigere Resultate, die aber nach der vorhergegangenen Oxydation des Eisens, durch Befuchten mit salpetersaurem Ammon und nachheriges Glühen, in vielen Fällen das richtige erreichten, so dass wir annehmen können, dass sämtliche Eisenerze nach vorhergegangener Oxydation durch Glühen mit Zinkstaub, respective gefeiltem Zink, völlig aufgeschlossen und in verdünnter Schwefelsäure löslich gemacht werden dürften.

Ausführlichere Mittheilungen hierüber wollen wir uns hiermit vorbehalten.

Leoben, im April 1886.

Ueber die Normallösungen der Titrimethode und die Beibehaltung des Mohr'schen Systemes.

Von

B. Tollens.

Mit grossem Interesse habe ich in dem mir eben zugekommenen 2. Hefte des 25. Jahrganges dieser Zeitschrift S. 205 den Aufsatz von W. Fresenius über das Winkler'sche neue System der Normallösungen gelesen, und ich möchte mir erlauben, meine volle Zustimmung auszudrücken, da ich mich früher schon einmal in ähnlichem Sinne geäussert habe (s. u.).

Wenn das Winkler'sche System, nach welchem die Normallösungen doppelt so concentrirt sind, als die bis jetzt gebräuchlichen Mohr'schen Normallösungen, sich, wie in dem obigen Aufsätze hervor-gehoben wird, hier oder da einbürgert, anderswo aber nicht, und die Lösungen in den Abhandlungen schlechtweg als »Normallösungen« bezeichnet werden, weiss man nie, welches System gemeint ist, und ist in Zweifel darüber, ob z. B. Normal-Natronlauge 40 oder 80 g NaOH im Liter enthält.