

## Ueber Schwefelgehalt von Zinkstaub.

Von

**A. Wagner.**

Bei der vielfachen Anwendung des Zinkstaubes dürfte es nicht ohne Interesse sein, auf dessen gar nicht unbedeutenden Schwefelgehalt aufmerksam zu machen; eine Verunreinigung, welche ich bei den verschiedenen Methoden zur Analyse des Zinkstaubes gar nicht erwähnt gefunden habe.

Bei einer Verwendung von Zinkstaub zur Reduction von Nitraten fiel mir auf, dass derselbe mit Säuren sehr viel Schwefelwasserstoff entwickelt. Um die Menge des gebildeten Schwefelwasserstoffes annähernd zu ersehen, leitete ich das durch Auflösen von 10 g Zinkstaub in reiner Salzsäure unter Erwärmen erhaltene Gas durch eine Lösung von Cadmiumsulfat und wog das gefällte Schwefelcadmium nach Trocknen bei 100°.

10 g der einen Sorte von Zinkstaub gaben 0,054 g Cd S.

10 « einer anderen « « « « 0,005 « «

Somit enthält die erste Zinkstaubsorte nicht weniger als 0,12 % Schwefel und die zweite 0,011 %.

Ausserdem untersuchte ich noch ein als chemisch rein gekauftes Stangenzink. 10 g desselben gaben 0,002 g Cd S, so dass dieses Stangenzink 0,004 % Schwefel enthielt.

---

## Wismuthoxyd als Aufschliessungsmittel für Silicate.

Von

**Walther Hempel.**

Gaston Bong \*) hat zur Aufschliessung von Silicaten vorgeschlagen, dieselben mit Bleioxyd zu schmelzen, die gebildeten leicht zersetzbaren Verbindungen durch Salpetersäure zu zerlegen und nach der Abscheidung des Bleies durch Schwefelwasserstoff in gewöhnlicher Weise zu analysiren. Diese Methode bietet grosse Vortheile, da das schmelzende Bleioxyd in sehr kurzer Zeit selbst die am schwersten zersetzbaren Silicate, auch wenn sie sich nicht im Zustande höchster mechanischer Zerkleinerung befinden, zu zerlegen vermag.

\*) Diese Zeitschr. 18, 270. — Bull. soc. chim. de Paris [N. S.] 29, 50.

Ich habe zusammen mit meinem Assistenten, Herrn Dr. R. F. Koch, dem ich für die sorgfältige Ausführung meinen verbindlichsten Dank sage, eine Anzahl Versuche mit diesem Aufschlussmittel gemacht und dabei gefunden, dass es sehr grosse Schwierigkeiten hat, chemisch reines Bleioxyd herzustellen. Die Mennige und das Bleioxyd des Handels fanden wir immer kieselsäurehaltig, abgesehen von anderen Verunreinigungen, was sich aus der Darstellungsweise derselben leicht genug erklärt. Die Darstellung des chemisch reinen Bleioxyds aber aus metallischem Blei, durch Auflösen desselben in Salpetersäure und Glühen des gebildeten Salzes, ist mit den grössten mechanischen Schwierigkeiten verknüpft, da das salpetersaure Bleioxyd vor seiner Zersetzung zu schmelzen anfängt und dann sehr stark schäumt, so dass man nur sehr geringe Quantitäten in einer Operation darzustellen vermag. Alle diese Schwierigkeiten fallen weg, wenn man an Stelle des Bleioxydes Wismuthoxyd verwendet, indem man einfach das zu analysirende Silicat direct mit Bismuthum subnitricum erhitzt.

Das basisch salpetersaure Wismuthoxyd gehört zu denjenigen Substanzen, die sich im Zustand höchster chemischer Reinheit mit grösster Leichtigkeit herstellen lassen und bietet den grossen Vortheil, dass es bei seiner Zersetzungstemperatur nicht schmilzt. Der Aufschluss kann daher mit Leichtigkeit in den kleinsten Platintiegeln vorgenommen werden, da die bei der Zersetzungstemperatur entweichende Untersalpetersäure langsam abraucht, ohne irgend welche Mengen von Substanz mit sich fortzureissen. Die resultirende Wismuthoxydschmelze löst man direct in Salzsäure, während man beim Aufschluss mit Bleioxyd nur Salpetersäure verwenden kann, die bei der weiteren Arbeit wieder entfernt werden muss.

Vielfache Versuche zeigten uns, dass es zweckmässig ist, mit einem grossen Ueberschuss von Wismuthoxyd zu arbeiten, so dass eine sehr stark basische Schmelze entsteht, welche dann in kurzer Zeit durch Salzsäure zerlegt wird. Der Aufschluss gelingt mit Leichtigkeit, wenn man ungefähr  $\frac{1}{2}$  g des Silicates mit 10 g Bismuthum subnitricum erst langsam erhitzt bis keine rothen Dämpfe mehr entweichen und schliesslich etwa 10 Minuten lang im Schmelzen erhält. Die Schmelze giesst man am besten noch flüssig, soweit möglich, in eine auf kaltem Wasser schwimmende Platinschale aus und behandelt dann die so erhaltene Masse und den Platintiegel mit concentrirter Salzsäure. Die entstandene Lösung wird zur Abscheidung der Kieselsäure zur Trockne gebracht,

der Rückstand mit Salzsäure aufgenommen, die Kieselsäure abfiltrirt und mit salzsäurehaltigem Wasser ausgewaschen.

Aus dem Filtrat scheidet man dann den grössten Theil des Wismuthoxydes durch Verdünnen als Wismuthoxychlorid aus, filtrirt ab, wäscht aus und fällt den Rest des Wismuths aus diesem zweiten Filtrat mit Schwefelwasserstoff.

Selbstverständlich kann man auch die Gesamtmenge des Wismuths mit Schwefelwasserstoff fällen. Die doppelte Fällung ist jedoch entschieden vorzuziehen, da das Wismuthoxychlorid sich sehr leicht auswaschen lässt, was mit grossen Quantitäten von Schwefelwismuth nicht der Fall ist.

Die weitere Behandlung des Filtrats erfolgt nach den gewöhnlichen analytischen Methoden.

Um über die etwaigen Fehler Aufschluss zu erlangen, welche durch die Flüchtigkeit der Alkalien bei der Schmelztemperatur des Wismuthoxydes bedingt sein konnten, wurde vergleichsweise ein Feldspath einerseits mit Wismuthoxyd, andererseits durch Fluorirung aufgeschlossen; man erlangte dabei die nachfolgenden Zahlenwerthe:

|                                |       | Aufschluss mit Wismuthoxyd. |             |
|--------------------------------|-------|-----------------------------|-------------|
|                                |       | 1. Analyse                  | 2. Analyse  |
| Si O <sub>2</sub>              | . . . | 68,04 Proc.                 | 68,20 Proc. |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | . . . | 18,44 <                     | 18,34 <     |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | . . . | 0,34 <                      | 0,35 <      |
| Mg O                           | . . . | 0,54 <                      | 0,50 <      |
| K <sub>2</sub> O               | . . . | 7,60 <                      | 7,70 <      |
| Na <sub>2</sub> O              | . . . | 4,71 <                      | 4,72 <      |
| H <sub>2</sub> O               | . . . | 0,40 <                      | 0,40 <      |

Alkalienbestimmung durch Fluoriren.

|                   |       | 1. Analyse | 2. Analyse |
|-------------------|-------|------------|------------|
| K <sub>2</sub> O  | . . . | 7,86 Proc. | 7,77 Proc. |
| Na <sub>2</sub> O | . . . | 4,70 <     | 4,84 <     |

Der Aufschluss kann ohne jede Gefahr für das Gefäss in einem Platintiegel vorgenommen werden, wenn man nur dafür sorgt, dass derselbe sich nicht in einer reducirenden Atmosphäre befindet, dass er also in der Spitze der Flamme eines gut brennenden Bunsen'schen Brenners steht. Sind reducirende Gase vorhanden, so bildet sich metallisches Wismuth, was den Tiegel sofort zerstört. Silicate, welche organische Substanzen enthalten, müssen natürlich erst bei Luftzutritt gut ausge-

glüht werden. Sehr gut hat sich bei diesen Schmelzungen der Ofen mit Oxydationsvorrichtung bewährt, welcher von mir früher beschrieben wurde.\*) Wir haben in ein und demselben Tiegel eine grosse Anzahl von Schmelzen gemacht, ohne dass der Tiegel im geringsten angegriffen worden ist.

Da das Wismuth ein werthvolles Metall ist, so ist es zweckmässig, alle Niederschläge wieder auf Bismuthum subnitricum zu verarbeiten, was man am besten dadurch thut, dass man alle Wismuthrückstände mit den Filtern in einem hessischen Tiegel mit Soda schmelzt, das so gewonnene metallische Wismuth in Salpetersäure löst und mit Wasser als basisch salpetersaures Salz fällt.

Schliesslich muss ich dringend empfehlen, den Anschluss des Silicates unter einem Abzug vorzunehmen, da das Wismuthoxyd bei seiner Schmelztemperatur etwas verdampft und diese Dämpfe sehr giftig zu sein scheinen.

---

## Metallisches Kupfer als Absorptionsmittel für Sauerstoffgas.

Von

**Walther Hempel.**

Ausgehend von der längst bekannten Thatsache, dass die Metalle sich zum Theil bei Gegenwart von Ammoniakdämpfen sehr stark oxydiren, habe ich schon vor längerer Zeit eine Reihe von Versuchen angestellt, um dieselben als Absorptionsmittel für Sauerstoff bei gewöhnlicher Temperatur zu benutzen. Es zeigte sich jedoch dabei, dass die Absorption nur rasch von statten geht, so lange als blanke metallische Flächen mit den sauerstoffhaltigen Gasen in Berührung sind; die Absorption hörte auf oder wurde doch wenigstens sehr bald ausserordentlich träge, sobald irgend erhebliche Mengen der Oxyde gebildet waren.

Durch die schönen Untersuchungen, welche von C. Schnabel anlässlich seiner Arbeit über die Entsilberung des Werkbleies durch Zink,\*\*) über die Löslichkeit der Oxyde des Zinks, Kupfers u. s. w. in kohlenurem Ammoniak gemacht worden sind, bin ich darauf ge-

---

\*) Diese Zeitschrift 18, 404.

\*\*\*) Zeitschrift für das Berg-, Hütten- und Salinenwesen im preussischen Staate, 23.