

**578. Hermann Alt: Gewichtsanalytische Bestimmung von Sulfoeyanaten.**

[Mittheilung aus dem chem.-techn. Laboratorium der technischen Hochschule zu Braunschweig.]

(Eingegangen am 14. December.)

Die einzige gebräuchliche Methode, um Rhodanverbindungen zu bestimmen, ist die maassanalytische von Volhard angegebene: Titri- rung mit Silberlösung in saurer Flüssigkeit unter Anwendung von Eisenoxydalaun als Indicator. Ganz kurz soll hier eine gewichts- analytische Bestimmung genannter Verbindungen besprochen werden, die darauf beruht, dass die Rhodanwasserstoffsäure durch Oxydations- mittel z. B. Salpetersäure glatt verwandelt wird in Blausäure und Schwefelsäure, welch' letztere dann ungemein leicht als Baryumsulfat gewogen werden kann.

Zur Ausführung des Versuchs löst man das Sulfoeyanat in Wasser, setzt die etwas mehr als nöthige, in den meisten Fällen wohl be- rechnenbare Menge krystallisirten Chlorbaryums hinzu und säuert stark mit Salpetersäure an; nach nicht langer Zeit sieht man die Lösung sich trüben durch Ausscheidung von schwefelsaurem Baryt; weit schneller erreicht man die Fällung durch gelindes Erwärmen. Man erhitzt nun zum Sieden, vertreibt unter einem gut ziehenden Abzug die Blausäure, verdünnt dann mit heissem Wasser, filtrirt, trocknet und wägt; einem Molekül Rhodanwasserstoffsäure entspricht natürlich ein Molekül Baryumsulfat. Um beim Sieden behufs Vertreibung des Cyanwasserstoffs keinen Substanzverlust zu erleiden, bedient man sich zweckmässig folgender, auch in allen ähnlichen Fällen anwendbaren, höchst einfachen Einrichtung: man biegt sich aus einem dünnem Glas- stab 3 Reiter nach Art der Wägereiterchen, setzt dieselben auf den Rand des Becherglases, deckt ein geeignetes Uhrglas darüber und erhitzt; die zu vertreibenden Gase entweichen rasch durch den zwischen Uhrglas und Gefässrand befindlichen Zwischenraum, während alles Spritzwasser durch das Deckglas zurückgehalten wird.

Eine Rhodanammonlösung, welche nach der Volhard'schen Me- thode eingestellt 1.39 pCt. Rhodanat enthielt, gab auf beschriebene Art analysirt die Zahlen 1.32 pCt. und 1.35 pCt. Es dürfte diese Methode insofern von Nutzen sein, als man völlig unabhängig von einer doch auch erst einzustellenden Silberlösung ist; umgekehrt kann man Mengen gelösten Silbers mittelst Rhodanlösungen, deren Wirkungs- werth auf diese Weise festgestellt ist, leicht ermitteln.

Es liegt nahe, Rhodansalze wegen ihrer ungemein leichten Oxydir- barkeit mit eingestellter Chamäleonlösung zu titriren, und es geht das

in der That auch sehr gut, da die Zersetzung in schwefelsaurer Lösung ganz glatt nach der Gleichung verläuft:



und die gebildete Cyanwasserstoffsäure keiner weiteren Oxydation unterliegt. Diese Art Sulfoeyanate einzustellen, ist aber einmal wegen der freiwerdenden Blausäure nicht anzurathen und zweitens auch nicht ganz genau, da die käuflichen Rhodanate wenigstens alle verhältnissmässig viel Eisenoxydul enthalten, das dann einen Theil des Permanganates für sich zur Oxydation in Anspruch nimmt, und so einen geringen Fehler veranlasst.

---

**579. Hermann Alt und Julius Schulze:  
Trennung des Zinks vom Nickel.**

[Mittheilung aus dem chem.-techn. Laboratorium der technischen Hochschule zu Braunschweig.]

(Eingegangen am 14. December.)

Jeder, der oft in der Lage war, Nickel und Zink zu trennen, wird Gelegenheit gehabt haben, zu beobachten, dass, wenn die Trennung durch Schwefelwasserstoff nach der bekannten Methode in schwach salzsaurer resp. essigsaurer Lösung erfolgte, bald ein genaues, bald aber trotz peinlichsten Innehaltens der gegebenen Vorschriften <sup>1)</sup> ein höchst unbefriedigendes Resultat erzielt wurde, indem einmal das Schwefelzink schneeweiss, dann wieder durch beigemengtes Schwefelnickel grau bis braun fiel, oder endlich das Zink zwar weiss, aber nicht völlig quantitativ abgeschieden wurde. Letzteres hängt, wie schon Beilstein <sup>2)</sup> angiebt, von den Mengenverhältnissen der beiden Metalle ab: ist viel Zinksalz in Lösung, so wird durch den Schwefelwasserstoff viel an das Zink gebunden gewesene Mineralsäure frei, und diese verhindert die völlige Fällung des Schwefelzinks. Beilstein sah sich deshalb nach einer anderen Trennung um und fand,

---

<sup>1)</sup> Fresenius, Anl. z. quant. Analyse, 1875, Band I, 579.

<sup>2)</sup> Diese Berichte XI, 1716.