

**520. Paul Jannasch und Hans Vogtherr:
Ueber die Aufschliessung des Chromeisenerzes durch Salzsäure
unter Druck.**

(Eingegangen am 21. October: mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

Meine kürzlich in diesen Berichten¹⁾ veröffentlichte Methode der Aufschliessung von Silikaten in einem besonderen Platinapparat durch starke Salzsäure unter Druck habe ich inzwischen gemeinschaftlich mit Hrn. Vogtherr sehr erfolgreich auf eine grössere Reihe von Mineralien angewandt. Es ist uns gelungen, Silikate, wie Granat (Pyropen von Meronitz und Arendal etc.), ferner schwarze Hornblende (von Granatilla und von Schima), weiterhin Cerit u. a. m. für die Zwecke der genauen quantitativen Analyse vollständig aufzuschliessen. Die näheren Resultate, sowie die verschiedenen Modificationen in der Ausführung des Verfahrens werden wir in einer besonderen Abhandlung später publiciren. In der nachstehenden kurzen Mittheilung möchten wir zunächst nur die Aufmerksamkeit auf die energische Einwirkung von concentrirter Salzsäure unter Druck auf den bekanntlich durch Schmelzoperationen so schwierig aufschliessbaren Chromeisenstein gelenkt haben. Derselbe wird von Salzsäure bei etwa 250° C. vollkommen aufgeschlossen, was die genaue und vollständige Analyse der vielen wichtigen Vorkommnisse des Minerals ungemein erleichtert. Die Aufschliessung des Minerals geschieht, wie im Folgenden beschrieben ist.

I. Chromeisenerz von Baltimore.

Das fein gepulverte Mineral wurde mit 2 g Salmiak und mit 10 ccm concentrirter Salzsäure (4 Vol. rauchende Salzsäure von 1.119 spec. Gew. auf 1 Vol. Wasser) im Kaliglasrohr eingeschlossen und 8—10 Stunden lang auf 275—290° C. erhitzt. Bemerk sei noch, dass die zur Verwendung kommende Säure durch anhalten- des Schütteln mit Salmiak mit letzterem Salz gesättigt worden war.

Angewandte Substanz = 1.0426 g; gefunden SiO_2 = 0.0194 g = 1.86 pCt. Die Kieselsäure wurde mit Flusssäure und Schwefelsäure auf dem Wasserbade verflüchtigt, die zurückbleibende Schwefelsäure auf dem Luftbade abgeraucht und der Rückstand nach dem Glühen gewogen. Derselbe betrug = 0.0018 g = 0.17 pCt.

II. Chromeisenerz von Frankenstein in Schlesien.

Verwandt wurden zur Aufschliessung 1.1332 g und im Rohr eingeschlossen zugleich mit 2 g Salmiak und 10 ccm Salmiak-Salzsäure von

¹⁾ Diese Berichte XXIV, 273.

derselben Concentration wie bei Versuch I. Die Dauer der Erhitzung betrug bei 250—260° C. 8—10 Stunden. Der Versuch lieferte 0.0596 g $\text{SiO}_2 = 5.26$ pCt. Die Kieselsäure mit Flusssäure und Schwefelsäure verdampft u. s. f. gab = 0.0042 g Glührückstand = 0.37 pCt.

III. Chromeisenerz von Orsova.

1.0190 g Substanz waren eingeschlossen mit 2 g Salmiak und 10 ccm Salmiak-Salzsäure auf die Dauer von 10 Stunden bei 250 bis 260° C. Die ausgeschiedene Kieselsäure wog = 0.0598 g = 5.87 pCt. und gab wie oben behandelt einen Glührückstand von 0.0070 g = 0.69 pCt.

IV. Einzelne Chromeisensteinkryställchen (aus Chromeisensteinsand) von Maryland.

0.9826 g Mineralpulver wurden mit 2 g Salmiak und 10 ccm Salmiak-Salzsäure 8—10 Stunden auf 250—260° C. erhitzt. Dieselben gaben = 0.0404 g $\text{SiO}_2 = 4.11$ pCt., enthaltend 0.0120 g (= 1.22 pCt.) nichtflüchtigen Rückstand.

Ein Blick auf die Analysen I—III zeigt uns, dass die der abgetrennten Kieselsäure anhaftenden Beimengungen nicht über das durchschnittliche Maass dieser Bestimmung hinausgehen. Der bei Analyse IV verbliebene Rückstand bestand zum grössten Theile aus noch unzersetztem Mineral, welchem Resultate gegenüber man aber beachten muss, dass auf das Pulvern der Substanz absichtlich keine besondere Mühe verwandt wurde, wie solches sonst bei der Chromeisenstein-Analyse nach den gebräuchlichen Aufschmelzungsmethoden vorgeschrieben wird.

Zur Beurtheilung der Zeitdauer der Einwirkung sind noch einige besondere Versuche erforderlich unter gleichzeitiger Berücksichtigung höherer Temperaturen, als die bereits angewandten, und schliesslicher Benutzung ganz concentrirter Salzsäure.

Für die Praxis, da wo es sich nur um die Ermittlung des Chromgehaltes eines Chromeisenerzes handelt, kann man füglich den Gebrauch meines Platin-Apparates entbehren und im blossen Glasrohr die Aufschliessung vornehmen. Handelt es sich jedoch um genaue und um vollständige Analysen, so versteht sich die Aufschliessung im Platinrohr von selbst, da sonst an die Erzielung brauchbarer Resultate, nicht zu denken ist. Die Einwirkung der Salzsäure auf das Glas selbst ist ein von zu vielerlei Umständen abhängiger Factor, und durch die chemische Sonderwirkung der bei den Aufschliessungen entstehenden Metallchloride von Eisen, Aluminium, Chrom, Calcium u. s. f. vermehren sich die Angriffsmomente auf das Einschliessrohr in einer Weise, dass es recht schwer halten dürfte, sich auf Grund einer Reihe sogenannter blinder Versuche hin ein beruhigendes

Urtheil über die Mengenverhältnisse der aus dem Glasrohr stammenden Verunreinigungen zu verschaffen.

Wir wollen am Schluss unserer Mittheilung nicht unerwähnt lassen, dass A. Mitscherlich¹⁾ unter den von ihm theils vollständig, theils unter Zurücklassung eines kleinen Restes durch Schwefelsäure (3 : 1 Gewichtstheile) im zugeschmolzenen Kaliglasrohr aufgeschlossenen Mineralien auch den Chromeisenstein aufführt.

Gegenwärtig beschäftigt uns die Anschliessung der kieselsäurereichen sauren Feldspathe, des Albit und Orthoklas, welche der Einwirkung der Salzsäure unter Druck einen grossen Widerstand entgegenzusetzen, indess konnten wir bereits den grünen Amazonenstein vom Ural bis auf geringe Antheile desselben zerlegen.

Heidelberg, Universitätslaboratorium, October 1891.

521. Eug. Bamberger und B. Berlé: Ueber das Verhalten des Carvacrols gegen Reductionsmittel.

[Mittheilung aus dem chemischen Laboratorium der königlichen Academie der Wissenschaft zu München.]

(Eingegangen am 23. October; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

Die Addition von Wasserstoffatomen an einkernige Phenole auf chemischem Wege ist ein noch ungelöstes Problem. Natrium und siedender Amylalkohol erwiesen sich uns ebenso wirkungslos wie die Einwirkung von Zinkstaub auf eine Lösung des Phenols in schmelzendem Kali. (Temperatur des Oelbades 180—220°.) Wenigstens konnten diese Erfahrungen sowohl beim gewöhnlichen Phenol wie beim Carvacrol gemacht werden.

Wir versuchten es daher mit sauren Reductionsmitteln und zwar — in der Hoffnung einer Synthese des Borneols oder Menthols — zunächst beim Carvacrol. Es sei im Voraus bemerkt, dass unsere Erwartungen sich nicht erfüllt haben.

Je 5 g Carvacrol, 5 g Jodwasserstoffsäure von constantem Siedepunkt und 1.25 g amorpher Phosphor wurden etwa 10 Stunden einer Temperatur von 225 bis 235° ausgesetzt. Die Röhren öffneten sich unter dem Drucke eines mit leuchtender Flamme brennenden Gases, welches wahrscheinlich Propan war. Bisweilen konnte auch die fahle Flamme und der charakteristische Geruch des Phosphorwasserstoffs bemerkt werden.

¹⁾ Journal für prakt. Chem. 1860 Bd. 81, 116.