

Frl. Dr. Hedw. Kub, die mich bei obiger Untersuchung in vorzüglicher Weise unterstützt hat, spreche ich meinen besten Dank aus.

Zürich, Universitätslaboratorium, März 1912.

116. Theodor St. Warunis: Über die Bestimmung des Schwefels in unlöslichen Sulfiden.

[Mitteilung aus dem Warunisschen Privatlaboratorium in Athen.]

(Eingegangen am 1. März 1912.)

Für die Ermittlung des Gesamtschwefels in Steinkohlen habe ich früher¹⁾ eine Methode ausgearbeitet, deren Wesen auf der Verbrennung der Kohlen und der dabei vor sich gehenden Oxydation des Schwefels durch Glühen mit Kupferoxyd und wasserfreier Soda beruhte. Dabei verliert das Kupferoxyd seinen Sauerstoff, um den Kohlenstoff zu verbrennen und den in den Kohlen enthaltenen Schwefel zu oxydieren, während der Sauerstoff der Luft seinerseits das entstehende Kupfer zu Oxyd regeneriert. Die Oxydationsprodukte des Schwefels und der Schwefelverbindungen werden von der Soda aufgenommen und so zurückgehalten. Das dabei gebildete Sulfat wurde durch Zusatz von Bariumchlorid als unlösliches Bariumsulfat ausgefällt und gewogen.

Diese Methode habe ich ebenfalls mit Erfolg benutzt, um den Schwefel in unlöslichen Sulfiden zu bestimmen.

Die Bestimmung des Schwefels geschieht wie folgt: 0.5 g des äußerst fein pulverisierten Sulfids mischt man in einem geräumigen Porzellantiegel innig mit einem Gemisch von 4 Tln. Soda und 3 Tln. Kupferoxyd, bedeckt mit einer dünnen Schicht der Soda-Kupferoxyd-Mischung, erhitzt anfangs gelinde, steigert allmählich die Hitze und erhitzt schließlich den Tiegel 2 Stunden lang mit der vollen Flamme des Bunsen-Brenners.

Während des Erhitzens muß man öfters die Masse des Tiegels mittels eines starken Platindrahtes umrühren. Nach dem Erkalten laugt man den Tiegelinhalt mit Wasser aus, filtriert, kocht den Rückstand mit Sodalösung²⁾ und wäscht schließlich mit Wasser bis zum

¹⁾ Fr. 1911, 270.

²⁾ Sollte in dem zu untersuchenden Sulfid kein Metall, welches ein schwer lösliches Sulfat liefert, enthalten sein, so empfiehlt sich, den Tiegelinhalt direkt in Salzsäure zu lösen.

Verschwinden der alkalischen Reaktion. Das so erhaltene Filtrat übersättigt man vorsichtig im bedeckten Becherglase mit Salzsäure, kocht, um die Kohlensäure aus der Lösung zu verjagen, und verdampft schließlich unter Zugabe von Salzsäure, wenn Kieselsäure dem Sulfid beigemischt ist. Diese wird nach dem Abdampfen der Lösung abfiltriert. Sollte dem Sulfid keine Kieselsäure beigemischt sein, so fälle man das Sulfat, ohne die Lösung vorher abzdampfen, heiß mit kochender Bariumchloridlösung. Bei der obigen Arbeit wurde der Tiegel nach Löwe in das Loch einer schräg gestellten Asbestscheibe gebracht und dort erhitzt, um zu vermeiden, daß die von der Leuchtgasflamme herrührenden Oxydationsprodukte des Schwefels in den Tiegel gelangten.

Durch diese Methode habe ich bequemer] und schneller als mit den bekannten Methoden sehr gute Resultate erzielt, was die als Beispiele angegebenen Analysenzahlen beweisen:

I. Analyse von Kupferkies. Nach meiner Methode: 0.5000 g des Minerals gaben 1.2401 g BaSO_4 , d. h. 0.1699 g S = 33.98 %. Nach der Böckmannschen Methode: 0.5000 g des Minerals gaben 1.2385 g BaSO_4 , d. h. 0.16977 g S = 33.95 %.

II. Analyse von Pyrit. Nach meiner Methode: 1 g des Pyrits ergab 3.8710 g BaSO_4 , d. h. 0.5316 g S = 53.16 %. Nach der Methode von Fresenius: 0.2500 g des Pyrits ergaben 0.9660 g BaSO_4 , d. h. 0.1326 g S = 53.04 %.

III. Analyse von HgS . Nach meiner Methode: 1 g des Sulfids ergab 1.033 g BaSO_4 , d. h. 0.1375 g S = 13.75 %. Nach der Methode des Erhitzens mit Kaliumchlorat und konzentrierter Salpetersäure: 0.2024 g des Sulfids gaben 0.2010 g BaSO_4 , d. h. 0.02760 g S = 13.65 %.

Für die Ausführung zahlreicher Analysen verschiedenartiger Sulfide bin ich meinem Assistenten, Hrn. M. Marangos, zu Dank verpflichtet.

117. A. H. Fiske: Eine neue Silberspirale zur Verwendung bei der organischen Elementaranalyse.

[Aus dem Chem. Laborat. des Harvard-College, Cambridge, Mass., U. S. A.]

(Eingegangen am 16. Februar 1912.)

Die Verwendung einer aus Silberblech hergestellten Rolle für die Verbrennung halogenhaltiger organischer Verbindungen nach Liebig ist zuerst von Kraut¹⁾ vorgeschlagen worden; später zeigten dann V. Meyer und Wachter²⁾, daß die Verwendung von Bleichromat allein nicht ausreicht, um sämtliches Halogen im Rohr zurückzuhalten.

¹⁾ Fr. 2, 247 [1863].

²⁾ B. 25, 2632 [1892].