

Bemerkungen zur Bestimmung des Zinks und Mangans als Sulfid

von

Dr. **Ernst Murmann** in Wien.

(Vorgelegt in der Sitzung am 14. Juli 1898.)

Die Bestimmung des Zinks und Mangans durch Ausfällen als Schwefelverbindungen und Glühen des Niederschlages im Wasserstoffstrom gibt zwar sehr genaue Resultate, gleichwohl ist diese Methode wegen der Schwierigkeit, ein klares Filtrat zu erhalten und der langen Dauer des Filtrirens und Auswaschens wenig angewendet.

Durch zwei Kunstgriffe ist es mir gelungen, bedeutend rascher und sicherer zum Ziel zu gelangen. Erstens fälle ich nach Zusatz von Quecksilberchloridlösung, und zweitens wende ich zum Aufsaugen des Niederschlages einen »Rohrtiegel« an. Durch den mitausgefällten Niederschlag von schwarzem Schwefelquecksilber wird das fein vertheilte Zink- oder Mangansulfid mitgerissen und erhält so die Eigenschaft, sich rasch abzusetzen, klar zu filtriren und beim vorschriftsmässigen Auswaschen viel schwerer wieder durch das Filter zu gehen. Auch ist der Niederschlag dadurch viel leichter sichtbar und durch die Menge des Quecksilbersulfides so vermehrt, dass wägbare Verluste an Zink oder Mangan kaum eintreten können. Das Quecksilbersulfid verflüchtigt sich beim späteren Glühen leicht und vollständig.

Bei kleinen Mengen Niederschlag empfiehlt es sich, die Poren des Filters durch etwas warm gefälltes und durch Decantiren ausgewaschenes Quecksilbersulfid zu verkleinern.

Bezüglich des Rohrtiegels sei hier auf die gleichzeitig erschienene Notiz verwiesen.¹

¹ Ein neuer Tiegel, der »Rohrtiegel«.

Zum Beweise der Brauchbarkeit des Verfahrens führe ich hier mehrere Beleganalysen an.

A. Zinkbestimmung.

0·4278 g Messing waren zusammengesetzt aus 57·97% Kupfer, 0·14% Blei (elektrolytisch bestimmt) und 1·10% Eisen. Aus der zurückgebliebenen Lösung wurden nach Zusatz von 10 cm^3 concentrirter Quecksilberchloridlösung Zink und Quecksilber durch Schwefelammon gefällt, nach kurzer Zeit filtrirt, der Niederschlag getrocknet und im Wasserstoffstrom geglüht.

Erhalten: 0·2585 g Zn S, entsprechend 40·55 Zink, Summe 99·76%.

B. Manganbestimmung.

Hiebei ergab sich der grosse Vortheil, dass kleine Manganmengen mit Sicherheit sofort und nicht erst nach tagelangem Stehen filtrirt werden konnten.

0·32 g $KMnO_4$ wurden zu 1 l gelöst und davon verwendet:

1. 10 cm^3 = 0·0032 g $KMnO_4$, entsprechend 0·0011 g Mangan. Diese Manganlösung wurde auf 1 l verdünnt, 10 cm^3 gesättigte Chlorammoniumlösung und 5 cm^3 Ammoniumnitratlösung dazu gegeben (um möglichst gleiche Verhältnisse zu schaffen, wie sie bei der Ausfällung des Mangans bei Eisenanalysen obwalten), mit einigen Tropfen verdünnter Schwefelsäure angesäuert, dann erst mit Schwefelwasserstoff reducirt und mit Schwefelammon versetzt, dann unter lebhaftem Umrühren 3 cm^3 gesättigter Quecksilberchloridlösung zugesetzt, nach dem Absetzen durch einen Rohrtiegel filtrirt, getrocknet und im Wasserstoffstom geglüht.

Resultat: 0·0021 g Mn S, entsprechend 0·0013 g Mangan.

2. 20 cm^3 auf 1·2 l verdünnt und auf dieselbe Weise gefällt und filtrirt. Angewendet 0·0022 g Mangan.

Resultat: 0·0046 g Mn S, entsprechend 0·0029 g Mangan.

Weniger gut ist es, bereits gefälltes ausgewaschenes Quecksilbersulfid in die schon gefällte Lösung einzurühren.

Ausser bei Zink und Mangan habe ich den Zusatz von Quecksilbersulfid auch mit gutem Erfolg beim Zinnoxyhydrat versucht, und ich zweifle nicht, dass sich dieses einfache Mittel auch in vielen anderen Fällen bewähren wird.