

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1892. Hefte 6.

**Filtrir- und Decantirapparat
für chemische Laboratorien und Fabriken.**

Von
Willy Saulmann.

Jeder, der sich mit chemisch-analytischen Arbeiten zu beschäftigen hat, wird wohl schon oft das Filtriren oder Abklären von Flüssigkeiten mit Niederschlägen als eine sehr grosse Unannehmlichkeit empfunden.

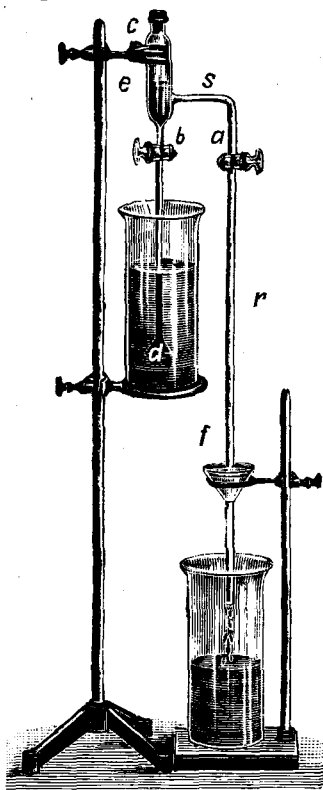


Fig. 74.

den haben, da diese Verrichtungen, zumal wenn es sich um grössere Mengen von Flüssigkeit handelt, oft stundenlang die Aufmerksamkeit und Thätigkeit in Anspruch nehmen. Um demselben nun diese Arbeit fast vollständig abzunehmen, habe ich nebenstehenden Apparat bauen lassen.

Derselbe wird zum Gebrauch, während die Hähne a und b (Fig. 74) offen sind, vermittels einer um den Theil e greifenden Klemme mit dem kürzeren Rohr $b\ d$ in die betr. Flüssigkeit gehängt. Man schliesst

nun die beiden Hähne, füllt den Raum *e* von *c* her mit dest. Wasser oder den etwa nöthigen Reagentien und öffnet Hahn *a* für einen Augenblick, bis die Röhre *a f* vollständig und der Raum *e* noch bis zur Hälfte mit Flüssigkeit erfüllt sind. Dann schliesst man Hahn *a* wieder und setzt den Gummistopfen in *c* ein. Öffnet man jetzt Hahn *a* und dann *b*, so fliesst durch die Saugwirkung des längeren Rohres *r* ununterbrochen ein Flüssigkeitsstrom bei *f* aus und auf das untergestellte Filter, Becherglas u. s. w. Durch den Hahn *a* lässt sich die ausfliessende Menge genau regeln, so dass sich der Praktikant, während der Apparat in Thätigkeit ist, mit anderen Arbeiten beschäftigen kann. Es wird hierdurch sogar ermöglicht, während der Nacht eine Flüssigkeit filtriren zu lassen, indem man nur eine etwas geringere Menge auf das Filter tropfen lässt, als durch dasselbe filtrirt werden kann. Ausser diesem Vortheil hat der Apparat auch noch den, dass durch ihn bei quantitativen Arbeiten ein jeder Verlust durch Vorbeitropfen beim Filtriren unmöglich wird. Da durch den Apparat ununterbrochen ein Flüssigkeitsstrom geht, so ist auch nicht zu befürchten, dass etwas von dem Niederschlag an den Wänden desselben sich festsetzt und die quantitative Genauigkeit der Analyse beeinträchtigt. Ausserdem lässt sich der Apparat nach dem Gebrauch von *e* aus nach beiden Röhren hin mit Leichtigkeit völlig rein ausspülen. Natürlich ist es nicht rathsam, sehr dicke und gallertartige Niederschläge durch den Apparat zu schicken.

Handelt es sich um Abklären (Decantiren) von Flüssigkeiten, so wird der Trichter *d* bis dicht über den Niederschlag gebracht, wodurch ein fast vollständiges Abheben der überstehenden Flüssigkeit möglich ist. Auch bei elektrolytischen Analysen ist der Apparat von grossem Vortheil, da er das so lästige continuirliche Auswaschen selbstthätig besorgt.

Hat man sehr feine und daher leicht trübe durchlaufende Niederschläge, wie Schwefelzink u. dgl. zu filtriren, so setzt man in den kleinen Trichter *d* ein kleines Filtergut ein. Hiedurch gelangen derartige Stoffe, schon einmal bei *d* filtrirt, auf das eigentliche Filter.

Der Apparat hat sich im Laboratorium des Herrn Geh.-Regierungsrath Prof. Landolt bei vielen Arbeiten bestens bewährt und wird von der Fabrik chemischer Apparate Max Kaehler & Martini, Berlin W., hergestellt.

Zur volumetrischen Zinkbestimmung nach Schaffner.

Von

Dr. E. Prost u. V. Hassreidter.

Die zwischen verschiedenen Chemikern noch ziemlich häufig vorkommenden Differenzen in den Resultaten der volumetrischen Zinkbestimmung nach der Schaffner'schen Methode hat uns veranlasst, diese Methode in ihren Einzelheiten zu prüfen. Hierbei haben wir unser besonderes Augenmerk auf die das Zink in seinen Erzen und Hüttenproducten begleitenden fremden Elemente gerichtet.

Obwohl dieser Gegenstand zum Theile bereits von anderen Chemikern studirt worden ist, hat es uns nicht uninteressant erschienen, denselben auf's Neue in seinen Einzelheiten zu prüfen, um womöglich neues Beobachtungsmaterial zu gewinnen, umsomehr als gerade nach der Schaffner'schen Methode jährlich viele Tausende von Tonnen Erze analysirt werden und dieselbe in Belgien sowohl als auch im Rheinland, Frankreich, Sardinien u. s. w. sozusagen als Normalmethode giltig ist.

Wir haben den Einfluss des Eisens, der Thonerde, der Kieselsäure, des Bleies, des Kalks und des Mangans auf die titrimetrische Zinkbestimmung mittels Schwefelnatrium in den Kreis unserer Untersuchung gezogen, und schicken den erhaltenen Resultaten eine kurze Beschreibung der Schaffner'schen Methode mit den üblichen Abänderungen voraus.

A. 2,5 g feingepulverter und bei 100° getrockneter Blende werden mit 10 bis 12 cc rauchender Salpetersäure zuerst kalt, dann in der Wärme behandelt, bis keine rothen Dämpfe mehr entweichen; hierauf wird mit überschüssiger Salzsäure zur Trockne abgedampft. Der Rückstand wird mit 5 cc Salzsäure befeuchtet und mit etwa 50 bis 60 cc warmem Wasser aufgenommen, erwärmt, bis alles bis auf ausgeschiedenen Schwefel und Gangart gelöst ist; in diese Lösung wird unter allmählichem Zusatz von kaltem Wasser Schwefelwasserstoff eingeleitet. Übermässiges Verdünnen und allzulange fortgesetztes Einleiten ist zu vermeiden. Man filtrirt die Schwefelmetalle

und wäscht sie mit etwa 100 cc Schwefelwasserstoffwasser, dem vorher 5 cc Salzsäure zugesetzt wurden. Filtrat und Waschwässer (zusammen etwa 250 cc betragend) werden bis zur Austreibung des Schwefelwasserstoffs gekocht und mit 10 cc Salzsäure + 5 cc Salpetersäure (letztere zur Oxydation des Eisens) versetzt. Nach theilweisem Erkalten wird die erhaltene Erzlösung unter Nachspülen in einen Halbliterkolben übergeführt, mit 100 cc Ammoniak (0,910 bis 0,920) und 10 cc einer kalt gesättigten Lösung von Ammoniumcarbonat versetzt, tüchtig umgeschwenkt und stehen gelassen.

Mittlerweile bereitet man in einem Halbliterkolben eine ammoniakalische Zinklösung, gewöhnlich „Titer“ genannt, durch Auflösen einer dem Gehalt des Erzes annähernd entsprechenden Menge chemisch reinen Zinks in 5 cc Salpetersäure + 20 cc Salzsäure und Übersättigen mit 100 cc Ammoniak + 10 cc kohlen-saures Ammon dieser vorher mit etwa 300 cc Wasser verdünnten Lösung.

Man lässt gewöhnlich über Nacht stehen, füllt dann beide Halbliterkolben bis zur Marke mit Wasser auf, schüttelt gehörig und filtrirt die Erzlösung durch ein trockenes Faltenfilter.

Je 100 cc des „Titers“ und der Erzlösung (= 0,5 g Erz) werden in Batteriegläser gebracht, mit 150 cc Wasser verdünnt und unter zwei nebeneinander befindliche, in $\frac{1}{10}$ cc getheilte 50 cc-Büretten gestellt. Letztere sind bis an ihren Nullpunkt mit einer Lösung von Schwefelnatrium gefüllt, von welcher 1 cc 0,010 bis 0,005 g Zink anzeigt. Diese Lösung erhält man durch Verdünnen einer concentrirten Lösung des käuflichen Salzes auf das 10- bez. 20 fache.

Man lässt nun in beide Batteriegläser ungefähr 2 cc weniger von der Schwefelnatriumlösung fließen als zur Erzielung der Endreaction voraussichtlich erforderlich sind, und fährt mit dem Zusatz von Schwefelnatrium fort, bis zwei mit einem dünnen Glasstab auf einen Streifen empfindlichen Bleipapieres gleichzeitig aufgesetzte Tropfen eine schwache, aber deutlich wahrnehmbare Bräunung hervorbringen. Nach jedem erneuerten Zusatz von Schwefelnatriumlösung muss gut umgerührt werden.

Wenn man durch zu häufiges Tüpfeln zuviel Flüssigkeit verloren hat oder wenn die Endreaction zu ungleichmässig erschienen ist, so müsste ein neuer Versuch angestellt werden. — Um etwaige Fehler in den Büretten auszugleichen, kann man z. B. bei zwei Parallelversuchen die links stehende einmal zur Titirung der Erzlösung, das zweitemal zur Titirung des „Titers“ benutzen. — Die Ablesungen müssen auf 0,5 cc genau erfolgen. Der Zinkgehalt des Erzes berechnet sich mit Hülfe einer einfachen Proportion.

B. Diese hauptsächlich in Belgien übliche Modification weicht von der unter A. beschriebenen nur darin ab, dass man statt 2,5 nur 1,5 g Erz einwägt. Die von den Metallen der 5. und 6. Gruppe befreite Lösung wird mit 5 cc HCl + 5 cc HNO₃ behandelt, in einen 600 cc-Kolben übergeführt und mit 60 cc Ammoniak + 5 cc kohlen-saurem Ammon gefällt. Zur Titirung verwendet man 200 cc der filtrirten Lösung (= 0,5 g Erz).