

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1897. Heft 11.

Neuer Condensationsapparat.

Von
Dr. J. Klimont.

Beim Arbeiten mit leicht flüchtigen Flüssigkeiten, bei welchen ein Kühler nicht gut angewendet werden kann oder nicht genügt, bedient man sich meist tubulirter Vorlagen, welche in ein Gefäss mit Wasser eintauchen. Diese Apparatur besitzt den Übelstand, dass einerseits stets ein Theil der Vorlage vom Wasser nicht bedeckt ist, andererseits es schwer fällt, den Zu- und Abfluss des Wassers genau zu regeln. Um so misslicher erscheint es, eine solche Colonne von Vorlagen, falls sie benöthigt wird, aufzustellen. Ich liess daher den nebenstehenden Apparat herstellen, dessen Construction aus der Zeichnung ohne Weiteres hervorgeht. — Diese Apparate unter einander zu einer Colonne zu verbinden und hierbei Gegenstromkühlung anzuwenden, fällt ungemein leicht.

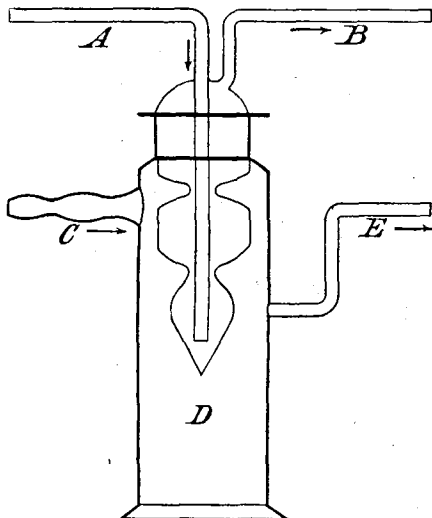


Fig. 108.

A Zufluss des Wassers, B Abfluss.

C Eintritt des zu condensirenden Dampfes.

D Condensationsgefäss.

E Austritt des nicht condensirten Dampfes.

Der Apparat ist bei der Firma W. J. Rohrbeck's Nachfolger, Wien erhältlich.

Wien, Laboratorium der Donaudampfschiffahrts-Gesellschaft.

Zinnbestimmung im Weissblech.

Von
Dr. Hugo Mastbaum.

Über die Analyse von Weissblech und hauptsächlich über die Bestimmung des Zinns in demselben findet sich in dieser Zeitschrift 1895, 429 eine Veröffentlichung von G. Lunge und Ed. Marmier, in welcher zur Trennung des Zinns von Eisen die Behandlung der Blechschnitzel mit trockenem Chlor empfohlen und ein Apparat beschrieben wird, der für die Ausführung der eleganten, einem technischen Blechentzinnungsverfahrens nachgebildeten Methode besonders geeignet ist.

Einige Resultate des neuen Verfahrens werden mit den nach der „gewöhnlichen Methode“ erhaltenen verglichen, welche Herr Lunge selbst, wie folgt, beschreibt.

„Das Blech wird in concentrirter Salzsäure gelöst, von der Kohle abfiltrirt und das Filtrat mit Ammoniak oder Soda neutralisirt, bis eine kleine Fällung entsteht, die durch Salzsäure wieder in Lösung gebracht wird. Man leitet nun Schwefelwasserstoff bis zur Sättigung ein, lässt stehen, bis der Geruch fast verschwunden ist, und filtrirt. Der noch sehr mit Eisen, Blei u. s. w. verunreinigte Niederschlag von Schwefelzinn wird in Schwefelkalium aufgelöst, das Schwefelzinn wieder mit Essigsäure ausgefällt, der Niederschlag unter bekannten Vorsichtsmaassregeln im Porzellantiegel mit Salpetersäure befeuchtet, nach Abrauchen derselben im schrägen Tiegel vorsichtig geglüht und als Sn O_2 gewogen. Diese Arbeit erfordert 3 bis 4 Tage Zeit und viel Aufmerksamkeit.“

Herr Lunge empfiehlt das Chlorverfahren als vortheilhafter, weil es in einem Tage abzuwickeln sei und ohne Schwierigkeiten mehrere Proben gleichzeitig behandelt werden könnten. Die eigentliche Trennungsoption selbst dauere 2 bis 3 Stunden und bedürfe sehr geringer Beaufsichtigung.

Diesen Vorzügen des Verfahrens kann man entgegenhalten, dass das Arbeiten mit Chlor nicht besonders angenehm ist, dass man einen ziemlich complicirten Apparat mit besonders gestalteter Kugelhöhre verwenden soll, dass zur gleichzeitigen Aus-

führung mehrerer Analysen jedenfalls doch mehrere vollständige Apparate gehören, und dass wohl auch die Beaufsichtigung der Chlorirungsoperation nicht so sehr gering sein darf, denn „bei stärkerem Erhitzen wird das Eisen plötzlich stark angegriffen, Eisenchloriddämpfe gehen stürmisch über und der Versuch ist verloren“. Ein grosser Nachtheil des Verfahrens, zumal für die Analyse von zur Entzinnung angekauften Blechabfällen, scheint mir darin zu liegen, dass man nur 2 bis 3 g Material verwenden kann.

Ich habe mich bemüht, ein Verfahren ausfindig zu machen, dass die Langwierigkeit der alten Methode und die Übelstände des Chlorverfahrens vermeidet und bin unter Anlehnung an ein ebenfalls technisch angewendetes Entzinnungsverfahren zu einer Methode gelangt, die, glaube ich, an Einfachheit wenig zu wünschen übrig lässt.

Weissblech wird durch einige Minuten langes Kochen mit Salzsäure von 8 bis 10 Proc. HCl vollständig entzint, ohne dass verhältnissmässig beträchtliche Mengen von Eisen in Lösung gehen.

Ich digerire gewöhnlich 25 g des mässig zerkleinerten Materials¹⁾ einigemal je fünf Minuten lang mit je 50 cc 10 proc. Salzsäure in einem Becherglase bei Siedehitze und giesse die zinnhaltige Lösung in einen $\frac{1}{4}$ l-Kolben ab. Man erkennt leicht an dem Aussehen der Schnitzel, wann die Entzinnung vollständig ist; meist sind schon zwei, immer höchstens vier Behandlungen genügend. Die Lösung ist farblos und braucht, da sie Kohle nicht enthält, nicht filtrirt zu werden. Von der zur Marke aufgefüllten Flüssigkeit bringt man 50 cc in ein 100 cc-Kölbehen, setzt Ammoniak hinzu, bis eben Zinnoxidulhydrat auszufallen anfängt, fügt 10 cc starkgelbes Schwefelammonium hinzu, schüttelt um und füllt auf.

50 cc des Filtrates, entsprechend 2,5 g Ausgangsmaterial, werden im Erlenmeyerkolben mit Wasser verdünnt und bis zur vollständigen Ausfällung des Zinnsulfids mit Essigsäure versetzt; man lässt gut absetzen, am besten bis zum folgenden Tage und bringt mit Hülfe einer 10 proc. Lösung von Ammoniumacetat auf das Filter.

Da man statt Kaliumsulfid Ammoniumsulfid angewendet hat, was wegen der Abwesenheit von Kupfer durchaus zugänglich ist, kann man sich das Auswaschen auf dem Filter ersparen, man kann auch, da ja überhaupt glühbeständige Dinge ausser der Zinnverbindung nicht in der Lösung vorhanden

sind, die 50 cc derselben direct im Porzellantiegel eindampfen und weiter behandeln; ich ziehe indessen die Ausfällung mit Essigsäure vor. Den scharf getrockneten Niederschlag bringt man mit dem Filter in den Tiegel und glüht, bis die Asche weiss ist, bez. wiederholt unter Zusatz eines Stückchens von Ammoniumcarbonat. Dass die nach diesem Verfahren erhaltenen Zahlen sich mit den Resultaten der gewöhnlichen Methode²⁾ in Übereinstimmung befinden, beweisen die nachfolgenden Beispiele:

No.	Neues Verfahren	Gew. Methode
1	3,07 Proc.	3,06 Proc.
2	2,26	2,26
3	2,56	2,64
4	1,94	1,91

Ich hätte das hier beschriebene Verfahren gern noch an Mustern, die stärker in ihrem Zinngehalt variiren, geprüft; ich habe aber, obwohl ich Bleche von ziemlich verschiedener Dicke analysirte, weitere Grenzen als 1,91 nach unten und 3,07 nach oben hier nicht beobachten können.

Lissabon, 8. April 1897.

Schwefelbestimmung in Koks.

Von

N. Oteha.

Wiederholte tägliche Bestimmungen von Schwefel in Koks sind, besonders wenn man eine grössere Anzahl derselben neben einander machen soll, ziemlich zeitraubend und daher meist nicht innerhalb einer vom Auftraggeber gewünschten Frist zu erledigen. Hierzu gesellt sich noch der Umstand, dass der ausführende Chemiker häufig nicht im Besitze so vieler Plattingefässe sich befindet, um gleichzeitig mehrere derartige Analysen in Arbeit nehmen zu können. Des Weiteren: auf absolute Genauigkeit der Analysen wird seitens der Betriebsleiter häufig weniger gesehen als auf eine möglichst schnelle Ausführung derselben, und genügt es daher, wenn die chemische Untersuchung nur einen für Betriebszwecke brauchbaren Anhalt gibt. Schliesslich ist es eine bekannte Thatsache, dass man trotz sorgfältigster Analyse aus verschiedenen Durchschnittsproben ein und desselben Materials mitunter recht erheblich von einander abweichende Analysenresultate erhält, die gefundenen Zahlen dann also nur Verhältnisswerthe bedeuten können.

Diese Gründe veranlassten Verfasser

¹⁾ Wenn es sehr ungleichmässig ist, werden bis zu 100 g in Arbeit genommen.

²⁾ Statt des Kaliumsulfids wurde allerdings auch dabei Ammoniumsulfid angewendet.