

1878 wiederum direkt Pyritröstgase, welche durch Pyritabbrände oder durch Platinschwamm in rotglühendem Zustande geleitet werden, und absorbieren das gebildete Schwefelsäureanhydrid nach erfolgter Kühlung durch mit konz. Schwefelsäure berieselte Türme zu rauchender Schwefelsäure.

Mit diesen Angaben mag die ältere Literatur über die Darstellung von Schwefelsäure nach dem Kontaktverfahren beschlossen werden. Es käme eine Reihe neuerer Veröffentlichungen. Wiewohl die ältere Literatur in der neuesten Auflage von Lunge's vorzüglichem Handbuch der Soda-industrie auch eingehende Berücksichtigung gefunden hat, so erschien es doch nicht überflüssig, in einer Zeitschrift alte Veröffentlichungen einmal in einer Weise zusammenzustellen, daß derjenige, welcher die heutige Darstellung von rauchender Schwefelsäure kennt, sich bewußt wird, daß eigentlich längst Bekanntes heute modern ist, und daß die heute laufenden Patente zur Konstruktion einer Kontakt-schwefelsäureanlage nicht absolut nötig sind.

## Zur Schwefelbestimmung im Pyrit.

Von G. LUNGE.

(Eingeg. 2/10. 1905.)

Dennstedt und Haßler (diese Z. 18, 1562) glauben, die Ursache der Abweichungen in den Resultaten der Schwefelbestimmung in dem „internationalen Pyritmuster“ darin gefunden zu haben, daß bei der Aufnahme des Abdampfungsrückstandes nach der Aufschließung, wenn diese nach meiner Vorschrift „mit 1 ccm konz. Salzsäure und 100 ccm Wasser“ geschehe, leicht basisches Ferrisulfat zurückbleibe. Dies werde vermieden, wenn man zuerst mit dem 1 ccm konz. Salzsäure erhitzte und dann erst die 100 ccm Wasser hinzusetze.

In bezug auf das letztere stimme ich mit den genannten Herren vollständig überein; ja noch mehr, seit den über 30 Jahren, daß ich meine Methode zur Schwefelbestimmung ausgearbeitet habe, habe ich selbst nie anders verfahren, und habe es auch meine Schüler so gelehrt. In meiner Vorschrift steht ja auch nicht, man solle 100 ccm 0,3%iger Salzsäure anwenden, sondern 1 ccm konz. Salzsäure und 100 ccm Wasser, und das ist eben wie oben zu verstehen, nämlich daß man erst die Salzsäure und dann das Wasser zusetzt; ohnehin arbeitet man dabei immer auf dem Wasserbade und wird eben die konz. Salzsäure erst einige Minuten einwirken lassen, ehe man das Wasser zusetzt. Ich gebe zu, daß allenfalls der eine oder der andere mißverständlich die Salzsäure mit dem Wasser schon vor dem Zusatz verdünnen könnte, aber die meisten Chemiker müssen meine Vorschrift doch richtig verstanden haben, denn sonst müßte bei den vielen Tausenden von Bestimmungen nach meiner Methode obiger Fehler schon längst bemerkt und gerügt worden sein. Selbst ein ganz wenig geübter Chemiker kann doch den „zarten gelben Rückstand“ von basischem Ferrisulfat nicht mit ungeschlossener Gangart verwechseln, und wenn ihm einmal ein derartiger Rückstand aufgestoßen

ist, so wird er von selbst darauf kommen, daß man meine Vorschrift in der richtigen Weise auffassen müsse, die von den Herren Dennstedt und Haßler für neu gehalten wird.

Der beste Beleg dafür, daß die Abweichungen in den Resultaten für das internationale Pyritmuster nicht auf dem von den Herren Dennstedt und Haßler angenommenen Grunde beruhen, ist folgender: Wenn jener Grund der richtige wäre, so hätten diejenigen Chemiker, welche, wie Dennstedt und Haßler, den Rückstand zuerst mit der konz. Salzsäure erwärmen, die höheren, die anderen aber die niedrigeren Resultate gefunden. Nun gehören aber gerade die in meinem Laboratorium gefundenen Resultate zu den niedrigsten, und doch kann ich positiv versichern, daß wir immer nach derselben Weise wie Dennstedt und Haßler verfahren haben, und ebenso positiv, daß wir jenes basische Ferrisulfat nicht übersehen haben.

Die Ursache der erwähnten Differenzen hat sich inzwischen als ganz wo anders liegend herausgestellt, nämlich in der Art der Fällung mit Chlorbaryum, ob allmählich oder in einem Gusse. Diese Aufklärung verdanken wir den Herren Prof. Hintz und Dr. Weber in Wiesbaden, welche in nächster Zeit in der „Zeitschrift für analytische Chemie“ darüber berichten werden. Infolge deren freundlicher brieflicher Mitteilung konnte auch ich mit Herrn Stierlin diesen Gegenstand bearbeiten; wir haben ganz dasselbe gefunden und werden ebenfalls an geeigneter Stelle darüber berichten. Für heute will ich nur sagen, daß nunmehr jeder Grund für eine größere Abweichung als  $\pm 0,1\%$  Schwefel im Pyrit nach meiner Methode fortfällt.

Was die von den Herren Dennstedt und Haßler ausgearbeitete Bestimmung des nutzbaren Schwefels durch Verbrennung im Sauerstoffstrom betrifft, so erscheint sie mir durchaus rationell, und ich bezweifle ihre Genauigkeit um so weniger, als sie ja mit meiner richtig angewendeten Methode durchaus übereinstimmt. Es ist mir aber doch fraglich, ob sich die neue Methode zur allgemeinen Anwendung und zur Verdrängung der meinigen im Pyrithandel eignet, da sie immerhin erheblich mehr Apparatur und Zeit als die letztere erfordert und eben doch dieselben Resultate ergibt, wie ihre Erfinder selbst angeben.

Zürich, 1. Oktober 1905.

## Glycerinbestimmungsmethode nach Dr. Shukoff und Dr. Schestakoff.

Mitteilung aus dem Laboratorium der Dynamitfabrik Schlebusch.

(Eingeg. d. 16./8. 1905.)

Zur Nachprüfung der Methode von Dr. Shukoff und Dr. Schestakoff haben wir eine Reihe Versuche angestellt und geben in nachstehendem die erhaltenen Resultate.

Die von Dr. Shukoff und Dr. Schestakoff ausgearbeitete Methode oder, wie wir sie kurz nennen wollen, die Extraktionsmethode, hat ohne Zweifel gewisse Vorzüge, die ihre Anwendung sehr empfehlen. Sie ist zunächst eine direkte Me-