

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

I. Beitrag zur Aufklärung des Schwefelsäurekontaktprozesses

Plüddemann, Werner

1907

8. Quantitative Trennung von Eisen und Zink mit Hilfe ihrer
Sulfattensionen

[urn:nbn:de:bsz:31-274354](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-274354)

8. Quantitative Trennung von Eisen und Zink mit Hilfe ihrer Sulfattensionen.

Die Vertrautheit mit den Zersetzungsdrucken einer ganzen Reihe von Sulfaten und der teilweise beträchtliche Unterschied ihrer Tension legt ihre Ausnutzung zur quantitativ-analytischen Trennung von Metallen über den Weg ihrer Sulfate nahe.

Eine technische Methode zur Trennung von Metallen durch Leiten eines Röstgases über ihre Sulfate und Auslaugen der unzersetzten Sulfate ist im D. R. P. 130298 vom Jahre 1902 festgelegt worden. Der hier beschrittene Weg war jedoch ein etwas anderer. Sind nämlich von zwei oder mehreren Sulfaten die Zersetzungsdrucke bekannt, so ist es insbesondere mit Hilfe des Heraeus'schen Tiegel-Widerstandsofens sehr leicht, durch Fixieren einer ganz bestimmten Temperatur das eine Sulfat zu zersetzen, die übrigen unzersetzt zu erhalten, und zwar ist es die Temperatur, bei welcher der Druck der zu zersetzenden Sulfate mehr als 1 Atm. beträgt. Die Sulfate mit niedrigerem Druck werden unzersetzt bleiben, und es wird eine Trennung des Oxyds vom unveränderten Sulfat durch Löslichkeitsunterschiede in Wasser und Säuren möglich sein. Natürlich dürfen bei der Temperatur, bei der das eine Sulfat den Druck von einer Atmosphäre hat, sich die anderen noch nicht merklich zersetzen, denn bei bequemer Versuchsanordnung wird man in einem gewöhnlichen, bedeckten Tiegel arbeiten, bei dem Diffusion nicht völlig ausgeschlossen ist. Liegen beispielsweise die Temperaturen der Maximaltensionen so nahe beieinander, wie beim Chrom- und Eisensulfat, so wird eine Trennung auf diesem Wege nicht möglich sein, denn während Chromsulfat bei ca. 670° 1 Atm. hat, erreicht Ferrisulfat eine solche bei 710°.

Allerdings werden gerade solche Metalle, deren Trennung sich ihre chemische Ähnlichkeit schwierig gestaltet, auch ähnliche Zersetzungsdrucke aufweisen, wie z. B. Nickel- und Cobaltsulfat, so daß eine Trennung der beiden Metalle nicht angängig ist. Ebenso schwer würden sich Blei und Silber durch diese Methode trennen lassen, deren Sulfate überdies auch äußerst beständig und erst bei unbequem hoher Temperatur zu zerlegen sind. Auch dann versagt die Methode, wenn sowohl die Sulfate, wie die entstehenden Oxyde wasser- bzw. säureunlöslich sind, also bei den seltenen Erden, bei denen eine Trennung auf diesem Wege recht erwünscht wäre. Einfach und glatt dagegen bewerkstelligt sich die quantitative Trennung einer ganzen Zahl anderer Sulfate, wie z. B. Fe, Al und Cr einerseits, von Co und Ni andererseits, von denen besonders die Trennung von Fe und Ni

Vorteile vor der sonst üblichen aufweist. Als Beispiel für die Methode sei die elegante Trennung von Fe und Zn näher beschrieben.

Die Tension des Eisensulfats war oben eingehend besprochen worden. Bei der Bestimmung der Tension des Zinksulfats, die ich nur für relativ niedrige Temperaturen feststellte, wurde gefunden, daß bei Temperaturen, bei denen das Ferrisulfat sich bereits zersetzt, die Spannung des Zinksulfats noch eine recht geringe ist.

Die gefundenen Werte sind folgende:

θ	= 675	690	720	750	775	800.
P	= 5	6	24	61	112	189.

Hält man auf Grund dieser Bestimmung die Temperatur bei etwa 700° C, wo der Druck des Ferrisulfats ca. 1 Atm. beträgt, so geht das SO₃, welches an Eisen gebunden ist, fort und es hinterbleibt nur Eisenoxyd, während das Zinksulfat unverändert zurückbleibt. Arbeitet man in einem unbedeckten Tiegel, so ist größere Vorsicht am Platze und als geeignete Temperatur für die Trennung sei dann 680—685° empfohlen, bei welcher ZnSO₄ nur einen Druck von 6 mm hat, während Eisensulfat sich mit nahezu 1 Atm. zersetzt.

Zur Ausführung bringt man das Gemisch beider Sulfate in einen Platintiegel; liegen keine Sulfate vor, so kann man sie leicht durch Abrauchen mit konzentrierter Schwefelsäure in solche überführen. Will man zur Kontrolle das Gewicht der Sulfate kennen, so geschieht dies durch Abrauchen bis zum konstanten Gewicht praktisch in dem auf 360—380° erhitzten Tiegelofen, dessen Temperatur vor und nach der Bestimmung kontrolliert wird. Die gewogenen Sulfate werden sodann in dem Tiegelofen bei 680—685° bis zum konstanten Gewicht erhitzt. Dies tritt bei etwa 0,5 g Substanz meist nach 1—1½-stündigem Erhitzen ein. Man wägt erstmals, wenn keine sichtbaren Nebel von SO₃ mehr auftreten, erhitzt sodann noch eine Viertelstunde bis 20 Minuten, worauf man schon meist Gewichtskonstanz konstatieren kann. Die Gewichtsdivergenz durch flüchtiges Trioxyd kann eventuell auch als Kontrolle für die Eisenbestimmung dienen. Sodann löst man den Tiegelinhalt in siedendem Wasser auf und erhält das Eisen in einer sehr gut und rasch filtrierbaren, gesinterten Form. Nach dem Auswaschen des Eisenoxyds fällt man das Zink im Filtrat mit Natriumcarbonat und wägt, wie üblich, als Zinkoxyd, das Eisenoxyd braucht nur getrocknet und geglüht zu werden.

Ausgangsmaterialien. Wasserfreies Fe₂(SO₄)₃ wurde erhalten durch Erhitzen des käuflichen, wasser- und schwefelsäurehaltigen Ferrisulfats auf 380° im Tiegelofen. Es enthält:

		Ber.
SO ₃	60,5,	60,0 %.

Wasserfreies Zinksulfat wurde hergestellt aus chemisch reinem $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ durch Erhitzen im Tiegelofen auf 300° bis zum konstanten Gewicht. Es enthielt:

	Ber.
SO_3 49,5	49,55 %.

Bestimmung I.

Angew. $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$:	0,2937 g,
» ZnSO_4 :	0,5500 »,
Summe der Sulfate:	0,8437 g.

Flüchtige Menge SO_3 bei 680° : 0,1800 g, entspr. 21,18 %, ber. 21,05 %.

Gef. Menge Fe_2O_3 :	0,1153 g,	Ber.
	Fe_2O_3 : 13,70,	13,75 %.

Gef. Menge ZnO :	0,2789 g.
	ZnO : 33,07, 32,90 %.

Bestimmung II.

Angew. Menge $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$:	0,5494 g,
» » ZnSO_4 :	0,4464 »,

Summe der Sulfate: 0,9958 g.

Flüchtige Substanz bei 680° :	0,3310 g.	Ber.
	entspr. 33,3,	33,4 %.

Gef. Menge Fe_2O_3 :	0,2168 g.	Ber.
	Fe_2O_3 : 21,8,	21,8 %.

Gef. Menge ZnO :	0,2275 g.
	ZnO : 22,82, 22,65 %.

Die Möglichkeit eines weiteren Ausbaues dieser Methode für andere Metalle liegt auf der Hand, fällt jedoch zu sehr aus dem Rahmen dieser Arbeit und nur die Brauchbarkeit der Methode sollte hier gezeigt werden.