

schwarze Farbe deutet, besonders wenn die Substanz dabei stark auf die Magnetnadel wirkt, zwar auf die Gegenwart des Eisenoxyduls, es ist aber gewöhnlich zugleich dann noch eine große Menge von Eisenoxyd zugegen.

XVI. Zink.

Bestimmung des Zinks und des Zinkoxyds. — Wenn Zinkoxyd allein in einer Flüssigkeit enthalten ist, aus welcher es quantitativ geschieden werden soll, so kann es nicht so gut, wie die Talkerde, als schwefelsaures Salz bestimmt werden. Das schwefelsaure Zinkoxyd verliert beim Glühen einen Theil seiner Säure, weshalb eine kleine Menge des Salzes nachher durch Wasser nicht mehr gelöst wird.

Das gewöhnliche Fällungsmittel des Zinkoxydes ist die Auflösung des kohlsauren Kali's. Sind in der Auflösung des Zinkoxydes keine ammoniakalische Salze enthalten, so setzt man zu derselben einen Ueberschuss von kohlsaurem Kali, und bringt sie zum Kochen; das ausgeschiedene kohlsaure Zinkoxyd wird dann filtrirt und ausgesüßt. Sind hingegen in der Auflösung ammoniakalische Salze, so müssen diese erst durch das kohlsaure Kali beim Erwärmen zerstört werden. Man thut dann am besten, die Auflösung, wenn man eine solche Menge von kohlsaurem Kali hinzugefügt hat, dafs dadurch die ammoniakalischen Salze zersetzt werden können, bis zur Trocknifs abzdampfen. Die trockne Masse übergießt man mit heißem Wasser, bringt dasselbe zum Kochen, und filtrirt alsdann das kohlsaure Zinkoxyd. Man muß hierbei sich nicht in der Menge des hinzuzusetzenden kohlsauren Kali's täuschen, und dieselben Vorsichtsmaafsregeln anwenden, die bei der Fällung der Talkerde durch kohlsaures Kali aus einer Auflösung, die ammoniakalische Salze enthält, beobachtet werden müssen, und die S. 27. angegeben worden sind. Würde man eine zink-

oxydhaltige Flüssigkeit, zu der man einen Ueberschufs von kohlen-saurem Kali gesetzt hat, sehr langsam bei gelinder Wärme bis zur Trocknifs abdampfen, die trockne Masse mit kaltem Wasser übergießen, und dann das kohlen-saure Zinkoxyd abfiltriren, so würde die abfiltrirte Flüssigkeit noch viel Zinkoxyd aufgelöst enthalten, was aber nicht der Fall ist, wenn man bei starker Hitze die Flüssigkeit abdampft, und die trockne Masse ferner so behandelt, wie es vorher angegeben ist.

Bei der Fällung des Zinkoxydes durch kohlen-saures Kali muß man nie versäumen, die vom gefällten kohlen-sauren Zinkoxyde abfiltrirte Flüssigkeit zu untersuchen, ob sie noch Zinkoxyd enthalte. Dies geschieht am besten auf die Art, daß man zu derselben einige Tropfen von Schwefelwasserstoff-Ammoniak setzt. Entsteht dadurch ein weißer voluminöser Niederschlag, so ist dies ein Beweis für die Gegenwart von aufgelöstem, nicht gefälltem Zinkoxyd. Diese kleine Menge von gebildetem Schwefelzink wird dann auf die Weise behandelt, wie es gleich wird gezeigt werden. — Hat man das kohlen-saure Zinkoxyd mit den angegebenen Vorsichtsmaafsregeln gefällt, so kann man höchstens nur unwägbare Mengen von Schwefelzink erhalten.

Das erhaltene kohlen-saure Zinkoxyd wird getrocknet und darauf im Platintiegel stark durch eine Spirituslampe mit doppeltem Luftzuge geglüht, wodurch es seine Kohlen-säure verliert, und dann gewogen.

Oft wird das Zinkoxyd durch Schwefelwasserstoff-Ammoniak als Schwefelzink niedergeschlagen. Ist die Auflösung des Zinkoxydsalzes neutral, so setzt man unmittelbar Schwefelwasserstoff-Ammoniak hinzu; ist sie sauer, so übersättigt man sie zuvor mit Ammoniak, von welchem, wenn die gehörige Menge hinzugesetzt ist, das Zinkoxyd aufgelöst wird, und fällt darauf Schwefelzink, das in jedem Ueberschufs von Alkali unauflöslich ist. Das Schwefelzink fällt als ein weißer voluminöser Nie-

derschlag, den man nicht filtriren muß, bevor er sich vollständig abgesetzt hat; man filtrirt alsdann erst die klare Flüssigkeit, und bringt darauf das Schwefelzink auf's Filtrum. Versäumt man diese Vorsicht, so verstopft gleich im Anfange das Schwefelzink die Poren des Papiers, und die Flüssigkeit läuft sehr langsam durch's Filtrum. Das Schwefelzink wird mit Wasser, das mit Schwefelwasserstoff-Ammoniak versetzt worden ist, ausgesüßt; darauf nimmt man es feucht vom Trichter und digerirt es mit dem Filtrum mit concentrirter Chlorwasserstoffsäure, wodurch es unter Entwicklung von Schwefelwasserstoffgas aufgelöst wird. Wenn man so lange digerirt hat, dafs der Geruch nach Schwefelwasserstoff so ziemlich verschwunden ist, so filtrirt man die Auflösung, und fällt aus derselben das Zinkoxyd durch kohlen-saures Kali.

Nach Abich kann das gefällte Schwefelzink durch ein halbstündiges Glühen in einer Platinschale im Windofen ganz in Zinkoxyd verwandelt werden, das frei von Schwefelsäure ist.

Trennung des Zinkoxyds vom Eisenoxyd. — Von dem Eisenoxyde trennt man das Zinkoxyd, wenn die Menge desselben gegen die des Eisenoxyds nur sehr gering ist, durch reines Ammoniak, das im Uebermaafs zu der Auflösung beider hinzugesetzt wird. Das Zinkoxyd bleibt aufgelöst, während das Eisenoxyd gefällt wird. Aus der vom Eisenoxyd abfiltrirten Flüssigkeit fällt man das Zinkoxyd auf die Weise, dafs man sie mit kohlen-saurem Kali versetzt und bis zur Trocknifs abdampft.

Diese Methode kann indessen nur dann angewandt werden, wenn höchst geringe Mengen beider Oxyde von einander getrennt werden sollen. Sind die Mengen beider bedeutender, so ist es unmöglich das ausgeschiedene Eisenoxyd frei von Zinkoxyd zu erhalten. In diesem Falle muß man beide Oxyde durch bernsteinsaures Ammoniak oder durch bernsteinsaures Natron trennen, nachdem man vor dem Zusatze desselben die Auflösung durch

Ammoniak neutralisirt, oder vielmehr ganz wenig übersättigt hat, so dafs dadurch eine sehr geringe Menge von Eisenoxyd gefällt worden ist.

Nach Fuchs kann vermittelst der kohlsauren Kalkerde oder kohlsauren Baryterde das Zinkoxyd auf ähnliche Weise wie das Manganoxydul vom Eisenoxyd getrennt werden (S. 72.).

Trennung des Zinkoxyds vom Eisenoxydul. — Hat man Zinkoxyd vom Eisenoxydul zu trennen, so mufs man letzteres durch Erhitzen mit Salpetersäure in Eisenoxyd verwandeln. Ist die Flüssigkeit, welche beide Oxyde enthält, sehr verdünnt, so ist es besser, das Eisenoxydul dadurch höher zu oxydiren, dafs man einen Strom von Chlorgas durch die Auflösung leitet, oder, bei weniger starker Verdünnung, Chlorwasser oder Bromwasser hinzufügt.

Trennung des Zinkoxyds vom Manganoxydul. — Vom Manganoxydul kann man das Zinkoxyd nicht durch reines Kali trennen. Selbst wenn man auch zu der Auflösung beider Oxyde ein großes Uebermaafs von Kaliauflösung setzt und das Ganze anhaltend kocht, darauf das Manganoxydul, das beim Zutritt der Luft zum Theil in Manganoxyd übergeht, abfiltrirt und sehr gut aussüfst, so bleibt doch noch eine kleine Menge Zinkoxyd mit dem Mangan verbunden, die durch Kali demselben nicht entzogen werden kann.

Diese beiden Oxyde müssen daher auf eine ganz andere Weise von einander getrennt werden. Man fällt sie beide gemeinschaftlich durch kohlsaures Kali als kohlsaure Oxyde, und verwandelt diese in Chlormetalle. Das Chlorzink ist flüchtig und kann von dem Chlormangan abdestillirt werden.

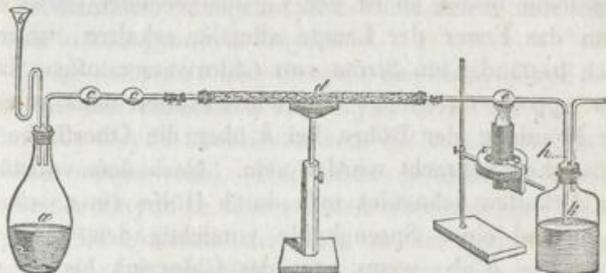
Das Verfahren hierbei ist folgendes: Die kohlsauren Oxyde werden stark geglüht und gewogen. Durch's Glühen verlieren beide die Kohlensäure; als Rückstand bleibt Zinkoxyd und Manganoxyd-Oxydul. Man bringt

diese in eine kleine Kugel von Glas, woran zu beiden Seiten Glasröhren angelöthet sind. Die eine dieser Glasröhren muß mehr als noch einmal so lang als die andere sein und keinen zu kleinen Durchmesser haben. Diese Kugel mit den Glasröhren wird gewogen, ehe die Oxyde hinein gebracht sind. Ist dies geschehen, so bringt man die nöthige Menge der Oxyde hinein und reinigt die Glasröhren durch die Fahne einer Feder von allen Oxydtheilchen, die darin sitzen geblieben sind; darauf wird der Apparat wiederum gewogen. Durch diese zweite Wägung erfährt man die Menge der Oxyde, welche man zum Versuche anwendet.

Ueber diese Oxyde leitet man nun einen Strom von trockenem Chlorwasserstoffgase, das in einer Flasche *a* entwickelt wird, in welche man, ehe der Apparat zusammengestellt wurde, Kochsalz gebracht hat. Die Oeffnung der Flasche *a* wird mit einem Kork verschlossen; durch diesen Kork geht der Hals eines Sicherheitstrichters *b*, der nur einige Zoll tief in die Flasche hineinsteht, und am besten unten in eine Spitze endigt. Man gießt nun nach und nach concentrirte Schwefelsäure durch diesen Trichter in die Flasche. Der dadurch entwickelte Gasstrom entweicht durch die rechtwinklicht gebogene Gasableitungsröhre, in der zwei Kugeln *cc* angebracht sind, damit in ihnen sich der größte Theil der Feuchtigkeit ansammeln kann; um das Gas vollständig zu trocknen, leitet man es noch durch die Glasröhre *d*, die mit Chlorcalcium angefüllt und mit der Gasableitungsröhre durch ein Cautschuckrohr verbunden ist. Auf der andern Seite ist diese Röhre mit Chlorcalcium durch ein Cautschuckrohr mit der Kugel *e* verbunden, in welcher die Oxyde liegen. Die eine, und zwar die längere von den beiden Glasröhren, welche zu beiden Seiten der Kugel angelöthet sind, ist über einer Spirituslampe mit doppeltem Luftzuge rechtwinklicht gebogen worden. Dies ist jedoch nach der zweiten Wägung der Glaskugel geschehen; denn hätte

hätte

hätte man es vorher gethan, so würde es schwierig gewesen sein, sie mit den Oxyden zu wägen. Die rechtwinklicht gebogene Röhre geht durch das Loch eines Korkes, welcher die Mündung der Flasche *k* verschließt. Diese



ist bis zur Hälfte ihres Inhalts mit Wasser angefüllt, zu welchem etwas Ammoniak gesetzt worden ist. Die Glasröhre endet einige Linien unter der Oberfläche der Flüssigkeit. In dem Korke der Flasche *k* ist noch ein zweites Loch, durch welches eine Gasableitungsröhre geht.

Wenn nun durch das Chlorwasserstoffgas die atmosphärische Luft aus dem Apparate getrieben worden ist, so erwärmt man die Kugel *e* allmählig durch die Flamme einer Spirituslampe mit doppeltem Luftzuge; die Oxyde verwandeln sich dadurch in Chlormetalle, was jedoch ziemlich langsam geschieht. Das Chlorzink verflüchtigt sich, und zwar vollständig erst bei der stärksten Hitze, die man durch die Spirituslampe mit doppeltem Luftzuge bewirken kann. Ist die Menge des gebildeten Chlorzinks bedeutend, so dauert es mehrere Stunden, ehe dasselbe abdestillirt worden ist. Es ist nöthig, daß die rechtwinklicht gebogene Röhre einen etwas größeren Durchmesser, ungefähr von 4 Linien, habe, damit das Chlorzink nicht die Röhre verstopfe. Durch eine kleinere Spirituslampe treibt man von der Glaskugel *e* das Chlorzink ab, damit es in die Flasche *k* fließt. Sollte es sich im Knie der Röhre ansammeln, so kann es hier

am besten durch eine Spiritusflamme, welche man durch ein Löthrohr anbläst, in die Flüssigkeit der Flasche *k* getrieben werden, worin es sich auflöst.

Wenn von der Kugel *e* aus sich kein neues Chlorzink mehr bildet, so ist der Versuch beendet. Man läßt dann das Feuer der Lampe allmählig erkalten, während noch beständig ein Strom von Chlorwasserstoffgas durch den Apparat streicht. Vor dem Erkalten muß indessen die Mündung der Röhre bei *k* über die Oberfläche der Flüssigkeit gebracht worden sein. Nach dem vollständigen Erkalten schneidet man durch Hülfe einer scharfen Feile und einer Sprengkohle vorsichtig den Theil der Röhre bei *k* ab, wenn man das Chlorzink bis so weit getrieben hat; oder hat dies nicht füglich geschehen können, so schneidet man die Röhre in einer kleinen Entfernung von der Kugel *e* ab, und spült das in der Röhre befindliche Chlorzink sorgfältig in die Flasche *k*.

In der Flüssigkeit der Flasche *k* ist alles Zink enthalten, das als Oxyd in der Kugel *e* war. Man setzt zu dieser Flüssigkeit eine hinreichende Menge kohlen-sauren Kali's, und fällt das Zinkoxyd auf die Weise, wie es oben angegeben worden ist. Hierauf reinigt und trocknet man den Theil der Glasröhre, in welchem Chlorzink enthalten war; alsdann wägt man die Kugel *e*, und löst darauf das in ihr enthaltene Chlormangan auf. Die Kugel wird getrocknet und wieder gewogen, um durch den Gewichtsverlust die Menge des Chlormangans zu erfahren. Da aber bei dieser Operation oft das Glas der Kugel etwas angegriffen wird, und daher auch das Chlormangan nicht ganz vollständig gelöst werden kann, so erhält man auf diese Weise kein sehr genaues Resultat. Man muß daher die Kugel *e*, wenn das Chlormangan darin in Wasser aufgelöst worden ist, mit etwas verdünnter Chlorwasserstoffsäure, und nachher noch mit Wasser ausspülen, und beides dem aufgelösten Chlormangan zusetzen, wodurch eine helle Auflösung entsteht. Scheiden sich sehr

geringe Spuren von Kieselsäure, die vom Glase herrühren, ab, so filtrirt man sie. Aus der abfiltrirten Flüssigkeit fällt man durch kohlen-saures Kali das Manganoxydul auf die Weise, wie es oben, S. 53., angegeben worden ist. Das kohlen-saure Manganoxydul verwandelt man durch Glühen in Manganoxyd-Oxydul.

Das gemeinschaftliche Gewicht des Manganoxyd-Oxyduls und des erhaltenen Zinkoxyds muß mit dem Gewichte der Oxyde übereinstimmen, die zum Versuche angewandt worden sind. Nach dem gefundenen Verhältniß beider Oxyde in dieser untersuchten Menge, berechnet man die Quantität derselben in der ganzen Menge, welche man früher erhielt und nicht ganz zum Versuche anwenden konnte, weil beim Hineinbringen in die Kugel *e*, und beim Reinigen der mit ihr verbundenen Glasröhren nothwendig etwas verloren gehen mußte.

Diese Methode, um das Zinkoxyd vom Manganoxydul zu trennen, ist umständlich, auch ist das Resultat, welches man dadurch erhält, nicht sehr genau; es ist indessen keine bessere Methode, beide Oxyde von einander zu trennen, bekannt.

Es wäre besser, wenn man die erhaltenen kohlen-sauren Oxyde gleich durch Auflösen in Chlorwasserstoffsäure und durch vorsichtiges Abdampfen bis zur Trockniß in Chlormetalle verwandeln, und diese in dem Apparate erhitzen würde, während man Chlorwasserstoffgas darüber leitete. Man würde dadurch viel Zeit ersparen, weil die Oxyde sich nur langsam in Chlormetalle verwandeln, wenn über sie Chlorwasserstoffgas geleitet wird. Dieses Verfahren ist aber deshalb nicht zweckmäfsig, weil Chlorzink und Chlormangan nicht mit solcher Genauigkeit abgewogen und in die Kugel *e* gebracht werden können, wie die Oxyde des Zinks und des Mangans.

Trennung des Zinkoxyds von der Zirconerde, den Ceroxyden, der Yttererde, der Thorerde und der Beryllerde. — Die Trennung des

Zinkoxyds von diesen Substanzen könnte durch Ammoniak geschehen, das man im Uebermaafs hinzusetzt; es werden dadurch diese Substanzen alle niedergeschlagen, nur das Zinkoxyd bleibt aufgelöst. Man weifs indessen nicht, ob diese Methode sichere Resultate giebt.

Trennung des Zinkoxyds von der Thonerde. — Auch von der Thonerde trennt man das Zinkoxyd durch Ammoniak, wenn beide Oxyde in einer Flüssigkeit aufgelöst sind.

Besser scheidet man indessen beide Oxyde von einander, wenn man sie in einem grossen Uebermaafs von Kali auflöst, und aus dieser Auflösung das Zinkoxyd durch Schwefelwasserstoffgas als Schwefelzink fällt.

Es giebt indessen eine in der Natur vorkommende Verbindung von Thonerde und Zinkoxyd, die man Gahnit nennt, welche in Säuren unauflöslich ist. Diese widersteht auch der Einwirkung des kohlsauren Kali's, wenn sie damit geschmolzen wird; sie kann nur durch Schmelzen mit reinem Kali, oder durch sehr starkes Glühen mit kohlsaurer Baryterde in Säuren auflöslich gemacht werden. Die Behandlung dieser Substanz mit Kali geschieht auf dieselbe Weise, wie die Behandlung einiger kieselensäurehaltiger Substanzen mit Kali oder Baryterde. Dieses Verfahren wird weiter unten, wenn von der Analyse kieselensäurehaltiger Substanzen die Rede sein wird, ausführlich angegeben werden.

Trennung des Zinkoxyds von der Talkerde. — Von der Talkerde scheidet man das Zinkoxyd fast auf dieselbe Weise, wie das Manganoxydul von der Talkerde getrennt wird. Zu der Auflösung wird Chlorwasserstoff-Ammoniak gesetzt, so dafs durch hinzugefügtes Ammoniak Talkerde und Zinkoxyd aufgelöst bleiben. Ist die Auflösung sauer, so ist der Zusatz von Chlorwasserstoff-Ammoniak nicht nöthig, weil durch die Sättigung mit Ammoniak genug des ammoniakalischen Salzes ent-

steht. Man fällt darauf aus der ammoniakalischen Auflösung das Zinkoxyd durch Schwefelwasserstoff-Ammoniak als Schwefelzink. Die vom Schwefelzink abfiltrirte Flüssigkeit macht man sauer, erwärmt sie und scheidet, wenn sie filtrirt worden ist, die Talkerde aus derselben.

Trennung des Zinkoxyds von der Kalkerde. — Die Scheidung des Zinkoxyds von der Kalkerde kann auf eine ähnliche Weise geschehen, wie die Scheidung der Kalkerde von der Talkerde. Man macht die Auflösung ammoniakalisch und schlägt daraus die Kalkerde durch oxalsaures Ammoniak nieder. Das oxalsaure Zinkoxyd wird nicht niedergeschlagen, weil es durch das Ammoniak aufgelöst bleibt. Die von der oxalsauren Kalkerde abfiltrirte Flüssigkeit versetzt man mit kohlsaurem Kali, und dampft sie, bei starker Hitze, bis zur Trocknifs ab, wodurch man das Zinkoxyd als kohlsaures Salz erhält.

Man könnte auch die Kalkerde vom Zinkoxyd auf die Weise trennen, dafs man zu der Auflösung beider Ammoniak setzt, und aus der ammoniakalischen Auflösung das Zinkoxyd durch Schwefelwasserstoff-Ammoniak als Schwefelzink fällt. Dieses mufs aber schnell filtrirt, und während des Filtrirens so gut wie möglich gegen den Zutritt der Luft geschützt werden, damit es nicht durch kohlsaure Kalkerde verunreinigt wird. Da man auf diese Weise das gefällte Schwefelzink sich nicht absetzen lassen kann, so ist es gut, die Fällung desselben in einer Flasche vorzunehmen, die sich verkorken läfst, wodurch der Zutritt der atmosphärischen Luft abgehalten werden kann. In dieser läfst man das Schwefelzink sich erst senken, ehe man es filtrirt. Die vom Schwefelzink abfiltrirte Flüssigkeit wird erst sauer gemacht und erwärmt, dann filtrirt man sie und fällt die Kalkerde.

Trennung des Zinkoxyds von der Strontianerde. — Die Strontianerde kann vom Zinkoxyde

am besten auf die so eben beschriebene Weise getrennt werden.

Trennung des Zinkoxyds von der Baryterde. — Die Baryterde trennt man vom Zinkoxyde auf die Art, dafs man erstere in der Flüssigkeit durch Schwefelsäure fällt, und in der von der schwefelsauren Baryterde abfiltrirten Flüssigkeit das Zinkoxyd niederschlägt.

Trennung des Zinkoxyds von den Alkalien. — Von den feuerbeständigen Alkalien scheidet man das Zinkoxyd auf die Weise, dafs man die Auflösung ammoniakalisch macht, und das Zinkoxyd durch Schwefelwasserstoff-Ammoniak als Schwefelzink fällt. Die abfiltrirte Flüssigkeit wird dann sauer gemacht, erwärmt und filtrirt; darauf dampft man sie bis zur Trocknifs ab und glüht die trockne Masse, wodurch die Alkalien mit der Säure verbunden zurückbleiben, mit welcher sie vor der Trennung vereinigt waren, wenn sie ein durch die Hitze nicht zerstörbares Salz damit bilden.

XVII. Kobalt.

Bestimmung des Kobalts und des Kobaltoxyds. — Das Kobaltoxyd wird aus seinen Auflösungen am besten durch reine Kaliauflösung niedergeschlagen. Der Niederschlag ist voluminös und hat eine blaue Farbe, die nach einiger Zeit in's Grüne übergeht. Es ist gut, das Oxyd heifs zu fällen, oder nach der Fällung etwas zu erwärmen; die Farbe des Niederschlags verändert sich dann, und wird bei längerem Kochen schmutzig rosenroth, was jedoch nicht immer der Fall ist, selbst wenn Kobaltoxydauflösungen vorher mit gleichen Mengen Wassers verdünnt worden sind. Das gefällte Oxyd ist schwer auszusüfsen. Das Aussüfsen geschieht daher am besten mit heifsem Wasser. Nach dem Aussüfsen wird es getrocknet und geglüht, wodurch es schwarz wird, und darauf gewogen.