

XLIII. Vanadin.

Bestimmung des Vanadins und der Oxyde desselben. — In den Oxyden des Vanadins, sowohl in dem Vanadinoxyd, als auch in der Vanadinsäure und in den Verbindungen beider, bestimmt man, nach Berzelius, die Menge des Vanadins auf die Weise, daß man dieselben durch Glühen in Wasserstoffgas zu Vanadinsuboxyd reducirt; aus der Menge desselben berechnet man die des Vanadins.

Ist Vanadinsäure in einer Flüssigkeit aufgelöst, so kann die Menge derselben durch Abdampfen erhalten werden. Sind in der Auflösung flüchtige Säuren, oder auch Ammoniak, so verflüchtigen sich diese beim Glühen der abgedampften Masse an der Luft; die Vanadinsäure bleibt zurück und kann ihrer Menge nach bestimmt werden. Es ist nöthig, daß man hierbei im Anfange eine sehr geringe Hitze giebt, die nicht bis zum Glühen gehen darf, und die Masse umrührt, wenn Ammoniak dabei ist, weil sonst etwas Vanadinsäure zu Vanadinoxyd reducirt wird.

Trennung der Vanadinsäure von der Phosphorsäure. — Man trennt beide Säuren auf die Weise, daß man sie mit Ammoniak verbindet, den Ueberschuß von Ammoniak verdunstet, und dann zu der Auflösung eine Auflösung von Chlorwasserstoff-Ammoniak setzt, in welcher das vanadinsaure Ammoniak unlöslich ist. Letzteres wird darauf mit einer Auflösung von Chlorwasserstoff-Ammoniak ausgesüßt, und durch vorsichtiges Erhitzen beim Zutritt der Luft in Vanadinsäure verwandelt. Aus der vom vanadinsauren Ammoniak abfiltrirten Flüssigkeit bestimmt man darauf die Phosphorsäure.

Trennung der Vanadinsäure und des Vanadinoxids von der Schwefelsäure. — Die Schwefelsäure kann von der Vanadinsäure durch bloßes Erhitzen

hitzen getrennt werden. Soll aber die Schwefelsäure quantitativ in einer Auflösung bestimmt werden, welche Vanadinsäure oder Vanadinoxyd enthält, so geschieht dies zwar durch eine Auflösung von Chlorbaryum; aber die auf diese Weise erhaltene schwefelsaure Baryterde enthält, wenn auch die Auflösung vor der Fällung durch Chlorwasserstoffsäure sauer gemacht worden ist, nach Berzelius, nach dem Auswaschen noch etwas Vanadinoxyd, weshalb sie auch im feuchten Zustande einen schwachen Stich in's Blaue hat, und nach dem Glühen einen Stich in's Gelbe bekommt. Die schwefelsaure Baryterde wird gewogen und darauf mit zweifach schwefelsaurem Kali geschmolzen, welches davon gelb wird. Man behandelt die geschmolzene Masse mit Wasser, und nach dem vollkommenen Auswaschen glüht man die schwefelsaure Baryterde und bestimmt ihr Gewicht. Die kleine Menge der Vanadinsäure, welche mit der schwefelsauren Baryterde zuerst niedergefallen ist, erfährt man nun durch den Verlust. — In der von der zuerst erhaltenen schwefelsauren Baryterde abfiltrirten Flüssigkeit fällt man die Baryterde durch Schwefelsäure, und erhält durch Abdunsten und Glühen der abgedunsteten Masse, zur Entfernung der Schwefelsäure, die Vanadinsäure. Zu der Menge derselben rechnet man die kleine Menge hinzu, welche mit der schwefelsauren Baryterde sich gefällt hatte.

Trennung der Vanadinsäure von Metalloxyden. — Die Trennung der Vanadinsäure von den Oxyden, deren Schwefelmetalle in einem Ueberschufs von Schwefelwasserstoff-Ammoniak unlöslich sind, könnte durch dieses Reagens auf die Weise geschehen, wie die Trennung der Antimonoxyde und anderer Oxyde, die saurer Natur sind, von jenen Oxyden (S. 235.). Das im überschüssigen Schwefelwasserstoff-Ammoniak aufgelöste und durch eine Säure gefällte Schwefelvanadin müßte dann beim Zutritt der Luft so lange geröstet werden, bis es sich vollständig in Vanadinsäure verwandelt hätte.

Trennung der Vanadinsäure vom Bleioxyd.

— Das Bleioxyd, das mit der Vanadinsäure verbunden in der Natur vorkommt, kann von derselben, nach Berzelius, nicht durch Kochen mit kohlensaurem Alkali getrennt werden. Ist daher Arseniksäure oder Phosphorsäure zugleich noch mit dem Bleioxyd verbunden, so können diese vermittelst einer Auflösung von kohlensaurem Natron vom vanadinsauren Bleioxyd getrennt werden, indem man dieselbe mit der fein gepulverten Verbindung kocht, und mehrere Mal damit bis zur Trockniß verdunstet. Wasser löst dann, neben überschüssigem kohlensauren Natron, phosphorsaures und arseniksaures Natron auf, während vanadinsaures und kohlensaures Bleioxyd ungelöst zurückbleiben. Auch wenn die Verbindung Chlorblei enthält, so löst das Wasser dann Chlornatrium auf.

Auch die Schwefelsäure kann nicht vollständig die Vanadinsäure vom Bleioxyd trennen, selbst wenn die Verbindung vorher in verdünnter Salpetersäure aufgelöst worden ist. Die vollständige Trennung wird erst auf die Weise bewirkt, daß man die Verbindung der Vanadinsäure mit dem Bleioxyd mit zweifach schwefelsaurem Kali schmilzt. Nach Behandlung der geschmolzenen Masse mit Wasser bleibt dann schwefelsaures Bleioxyd ungelöst zurück, während vanadinsaures und überschüssiges zweifach schwefelsaures Kali aufgelöst werden.

Enthält das vanadinsaure Bleioxyd noch Chlorblei, so löst man die Verbindung in verdünnter Salpetersäure auf, und fällt aus der Auflösung durch eine Auflösung von salpetersaurem Silberoxyd Chlorsilber, dessen Menge man bestimmt. Nach dem Filtriren wird der Ueberschuss des hinzugesetzten Silberoxydes durch Chlorwasserstoffsäure niedergeschlagen, sodann die abfiltrirte Flüssigkeit abgeraucht, zuletzt mit Schwefelsäure gemengt und erhitzt, um alle Chlorwasserstoffsäure und Salpetersäure zu verjagen, worauf man schwefelsaures Kali hinzusetzt, die

Masse in einem Platintiegel schmilzt, und die geschmolzene Masse so behandelt, wie es so eben angegeben wurde.

Trennung der Vanadinsäure von der Baryterde. — Man kann die Baryterde von der Vanadinsäure nicht auf die Weise trennen, daß man die Verbindung mit Schwefelsäure behandelt, auch nicht, wenn man Chlorwasserstoffsäure hinzusetzt, oder auch die Vanadinsäure durch Alkohol zersetzt. In allen Fällen erhält man eine schwefelsaure Baryterde, die nach dem Glühen gelb wird und Vanadinsäure enthält.

Man kann die Baryterde von der Vanadinsäure nur auf die Weise trennen, wie auch das Bleioxyd von derselben geschieden wird, nämlich durch Schmelzen der Verbindung mit zweifach schwefelsaurem Kali in einem Platintiegel, und Behandlung der geschmolzenen Masse mit heißem Wasser, wobei reine schwefelsaure Baryterde zurückbleibt.

Trennung der Vanadinsäure von den feuerbeständigen Alkalien. — Diese Trennung ist, nach Berzelius, schwer; man kann beinahe auf keine Weise das Alkali so von der Vanadinsäure trennen, daß es ganz frei davon ist. Am besten ist es, das vanadinsaure Salz in Chlorwasserstoffsäure aufzulösen, die Auflösung mit etwas Zucker so lange zu digeriren, bis daß sie blau wird und sich die Vanadinsäure in Vanadinoxyd verwandelt hat, dasselbe dann mit Ammoniak zu fällen, und den Niederschlag von vanadinichtsaurem Ammoniak mit Wasser zu waschen, zu welchem man etwas Ammoniak gesetzt hat, in welchem derselbe unauflöslich ist. Indessen man erhält doch eine Spur von Vanadin in der abfiltrirten Flüssigkeit. Diese wird abgedampft und die abgedampfte Masse bis zur Verjagung des Chlorwasserstoff-Ammoniaks geglüht, worauf das Alkali als Chlormetall zurückbleibt.