

(Titre: 0,2 Grm. Eisensalz = 11,35 CC. Chamäleon); danach sind die 2,5 CC. Chamäleon = 0,044 Grm. Eisensalz = 0,0063 Eisen in 5 Grm. Zink = 0,126 Proc.

Der im Porzellantiegel getrocknete Metallschwamm wog 0,107 Grm. = 2,14 Proc. Er wurde in Salpetersäure gelöst, zur Trockne abgedampft, wo sich eine reichliche Krystallisation von salpetersaurem Bleioxyd zeigte. Dieses in warmem destillirten Wasser gelöst gab mit chromsaurem Kali eine reichliche Fällung von hochgelbem chromsauren Bleioxyd. Es wurde ausgewaschen, mit Salzsäure versetzt und Eisensalz aus einem tarirten Gefässe hinzugefügt. Es waren 2,882 Grm. Eisensalz zugegeben worden. Zur Messung des überschüssigen Eisensalzes wurde soviel Chamäleon verbraucht, dass es nach dem Tagestitre 2,6145 Grm. Eisensalz repräsentirte. Das vom chromsauren Bleioxyd oxydirte Eisensalz betrug also $2,882 - 2,6145 = 0,2675$ Grm., und dieses mit 0,1761 multiplicirt giebt 0,047 Grm. Blei = 0,94 Proc.

Es enthält also dieses Zink beinahe 1 Proc. Blei.

Fünfunddreissigstes Kapitel.

Zinkerze.

1) Galmei.

Das feine Pulver des Galmeis, von dem man 1 bis 2 Grm. abwägt, wird in Salzsäure durch Wärme gelöst und durch Zutropfen von Salpetersäure das Eisen in Oxyd verwandelt. Man sättigt mit kohlensaurem Natron, bis die ersten Flocken Eisenoxyd erscheinen, setzt essigsames Natron zu, und fällt das Eisenoxyd durch Kochen. Im Filtrate wird das Zink durch Ferridecyankalium (II, S. 124) und unterschwefligsaures Natron bestimmt.

Gerösteter Galmei wird in gleicher Art behandelt.

1 Grm. gerösteter Galmei vom Altenberg bei Aachen wurde so behandelt und erforderte $53,2 \text{ CC. } \frac{N}{10}$ unterschwefligsaures Natron. Diese dreimal genommen geben 159,6 CC., und diese mit 0,003253 multiplicirt geben 0,51917 Grm. metallisches Zink = 51,917 Proc. Die Gewichtsanalyse gab 52,12 Proc.

Nach Abscheidung des Eisens durch essigsames Natron kann man auch das Filtrat mit Ammoniak übersättigen und mit Schwefelnatrium und Nitroprussidnatrium das Zink bestimmen (II, S. 122).

Das Eisen kann man durch Wiederauflösen des Oxyds in Salzsäure und Behandeln mit Zink und Chamäleon bestimmen.

Ist der Galmei sehr manganhaltig, so löst man ihn in mässig star-

ker Salpetersäure und verdampft zur Trockne. Aus dem feingeriebenen Rückstande zieht man mit Ammoniak und kohlenurem Ammoniak das Zink vollständig aus, und bestimmt mit Schwefelnatrium und Nitroprussidnatrium; oder nach Uebersättigen mit Essigsäure mit Ferridcyankalium, Jodkalium und unterschwefligsaurem Natron.

Aus dem Rückstande auf dem Filtrum kann man nach Bedürfniss das Eisen und Mangan bestimmen.

Die Analytiker der Zinkhütten bedienen sich seltener der systematischen, sondern der empirischen Flüssigkeiten. Diese enthält im Litre 10 Grm., im Cubikcentimeter 0,010 Grm. Zink.

Eine solche Lösung erhält man, wenn man von reinen Stoffen 10 Grm. metallisches Zink, oder 12,459 Grm. Zinkoxyd, oder 44,122 Grm. krystallisirten Zinkvitriol, oder 68,134 Grm. schwefelsaures Zinkoxydkali zum Litre löst. Diejenigen, welche die Nitroprussidmethode vorziehen, übersättigen ihre Lösung vor dem Ausfüllen der Titreflasche stark mit Ammoniak bis zur vollständigen Klärung; diejenigen, welche die Ferridcyanmethode vorziehen, werden am besten das Zinkdoppelsalz anwenden.

2) Blende oder Schwefelzink.

Die Blende läst sich im gepulverten Zustande leicht aufschliessen. Mit Salzsäure entwickelt sie Schwefelwasserstoff. Am besten löst man mit Salzsäure und $\frac{1}{3}$ Salpetersäure auf, von welchen Säuren man nicht zu viel zusetzt. Die Lösung enthält das immer vorhandene Eisen als Oxyd.

Man fällt das Eisen mit kohlenurem Natron bis zur Abstumpfung der freien Säure und Kochen mit essigsurem Natron; im Filtrat bestimmt man das Zink wie oben.

Man kann auch das Eisenoxyd in der Kälte mit geschlämmter Kreide oder reinem kohlenurem Kalk fällen und filtriren.

Mit Bleiglanzgehalt.

Nicht selten ist die Blende sehr bleihaltig, oder richtiger mit Bleiglanz durchsetzt, so dass man mechanisch nicht trennen kann. Zur Bestimmung des Zinks muss das Blei abgeschieden werden.

Man sättigt die Lösung in Salz- und Salpetersäure mit kohlenurem Natron, bis die ersten Eisenoxydflocken erscheinen, dann setzt man reichlich von einer Lösung von schwefelsaurem Kali oder Natron zu und filtrirt nach einiger Zeit. Die durchgelaufene Flüssigkeit versetzt man mit essigsurem Natron, kocht, filtrirt und bestimmt das Zink wie oben.

Will man Eisen und Blei bestimmen, so muss man erst die Blendelösung filtriren, und dann mit Glaubersalzlösung fällen. Man erhält das schwefelsaure Bleioxyd allein, welches man dem Gewichte nach bestimmt. Aus dem Filtrat fällt man das Eisenoxyd mit kohlenurem und essigsurem Natron und Kochen. Das ausgewaschene Eisenoxyd vom Filtrum

mit warmer verdünnter Salzsäure gelöst, ausgewaschen und auf Zink gestellt, giebt mit Chamäleon den Eisengehalt.

Im Filtrate vom Eisenoxyd bestimme man das Zink wie oben.

Ist Kupfer vorhanden, so kann man es aus einer neuen Probe durch Zink fällen und nach Gewicht bestimmen.

Geröstete Blende, welche immer einen Theil unzersetzte enthält, kann man auf beide Gehalte analysiren. Man zieht mit starker Essigsäure alles Zinkoxyd aus und bestimmt es mit Ferridcyankalium. Den Rückstand behandelt man wie frische Blende und bestimmt seinen Zinkgehalt allein.

Zinkoxyd kann nicht vom Eisenoxyd durch einmalige Fällung mit Ueberschuss von Ammoniak getrennt werden. Das Eisenoxyd hält Zinkoxyd zurück. Wenn man aber das Eisenoxyd noch einmal in Salzsäure löst und mit Ueberschuss von Ammoniak fällt, so bleibt das Zinkoxyd gelöst.

Die Methode von Schmidt, aus dem geglühten Galmei das Zinkoxyd allein durch ein Gemenge von reinem und kohlsaurem Ammoniak auszuziehen, ist nicht zuverlässig. Die Cohäsion des geglühten Oxyds tritt der schwachen Affinität des flüchtigen Ammoniaks entgegen. Aus den sehr lange behandelten Erzpulvern konnte mit Salzsäure in den meisten Fällen noch Zinkoxyd ausgezogen werden. Man hat kein richtiges Zeichen der vollständigen Ausziehung. Ein anderes Verfahren zur blossen Bestimmung des Zinks ist folgendes:

Man schliesst das Zinkerz mit reiner verdünnter Salpetersäure auf, verdampft zur Trockne und erhitzt stark. Aus dem Reste zieht man mit Essigsäure das Zinkoxyd aus. Ist Blei vorhanden, so setzt man vor dem Trockenwerden etwas schwefelsaures Natron oder Schwefelsäure zu. Eisenoxyd und Mangan kommen in einen Zustand, der ihre Lösung in Essigsäure verhindert.

Sechsendreissigstes Kapitel.

Argentan.

Im Argentan oder Neusilber sind drei Metalle mit einander verbunden, nämlich Kupfer, Zink und Nickel, welche sich sehr schwierig von einander trennen lassen. Ihre Oxyde sind isomorph, indem sie in gewissen Doppelsalzen mit schwefelsaurem Ammoniak und Kali ohne Veränderung der Krystallform sich vertreten können. Die vollkommensten Trennungen geschehen durch das ungleiche Verhalten zu Schwefelwasserstoff. Kupfer wird aus einer schwach sauren Lösung durch Schwefelwasserstoff als Schwefelkupfer vollständig gefällt, Nickel und Zink nicht aus der mineralischen Lösung. Dagegen wird Zink aus der essigsauren Lösung durch