

Wasser, oder auch mit der obigen, aus Essigsäure, Alkohol und Wasser bestehenden Mischung ausgewaschen werden. Zum Auswaschen des Kobaltniederschlags ist entweder letztere Mischung oder Essigsäure von 80 pCt. zu verwenden.

Diese Art der Abscheidung und Bestimmung hat vor dem bisherigen Verfahren bedeutende Vorzüge (besonders den Methoden gegenüber, welche auf Fällung dieser Metalle durch Alkalihydroxyde oder Alkalicarbonate basiren), da die Bestimmung selbst rascher auszuführen ist und die Niederschläge leichter rein erhalten werden können. Die Methode lässt sich noch zur Bestimmung von Silber, Kupfer, Cadmium, Blei etc., anwenden. Bei der Fällung dieser Metalle ist indess die Gegenwart verschiedener Salze von Einfluss. Es wird z. B. das Cadmium bei Anwesenheit von Chlorkalium oder Chlorammonium gar nicht gefällt. Kupfer wird nur in ganz concentrirter Auflösung, und dann noch nicht ganz vollständig, gefällt. Das Verhalten dieser Metalle lässt sich in einzelnen Fällen zur Trennung von den oben angeführten, durch Kaliumoxalat fällbaren Metallen benutzen.

343. Alexander Classen: Ueber eine neue Methode zur Trennung des Eisens von Mangan, Kobalt, Nickel und Zink.
(Eingegangen am 7. Juli; verlesen in der Sitzung von Hrn. Ferd. Tiemann.)

Bei der Analyse vieler Substanzen handelt es sich meistens darum, eine Trennung des Eisens von anderen Metallen vorzunehmen, ohne dass der hierbei erhaltene Eisenniederschlag zur Bestimmung dieses Körpers dient. Letzteres ist auch nur in den wenigsten Fällen direct ausführbar, da bei Anwendung der üblichen Trennungsv erfahren, der Eisenniederschlag, bei Gegenwart von Thonerde, Kieselsäure, Phosphorsäure etc., mit diesen Körpern gemengt, erhalten wird. Das Eisen wird daher in der Regel in einer besonderen Portion oder auch in der Lösung des erhaltenen Niederschlags titrimetrisch bestimmt. Zur Trennung des Eisens von den übrigen Metallen wird dasselbe bekanntlich entweder als basisches Eisenacetat, oder als basisches Eisenoxysalz¹⁾ abgeschieden und im Filtrate Mangan, Kobalt, Nickel oder Zink bestimmt. Diese Methoden geben bei Anwendung der Trennung des Eisens von Mangan sehr gute Resultate, da es, bei Einhaltung der bezüglichen Vorschriften, möglich ist, alles Mangan in das Filtrat überzuführen. Anders verhält es sich aber bei der Trennung des Eisens von Kobalt, Nickel oder Zink. Ist hier die Menge von Eisen einigermaassen bedeutend, so bleiben erhebliche Mengen dieser Metalle bei dem Eisenoxyd niederschlage zurück, welche

¹⁾ Herschel, Ann. Chim. et Phys. 49, 306.

erst durch mehrmaliges Lösen und Fällen gewonnen werden können¹⁾. In allen Fällen sind diese Methoden sehr zeitraubend, da das Auswaschen grösserer Eisenoxydmassen sehr langsam von statten geht. Diese Uebelstände lassen sich vermeiden, wenn man die betreffenden Metalle vor der Fällung des Eisens als Oxalate abscheidet. Fügt man zu einer neutralen Auflösung eines Eisenoxydulsalzes Kaliumoxalat und dann Essigsäure im Ueberschuss, so wird Eisenoxalat abgeschieden. Verfäbrt man in gleicher Art mit einer Eisenoxydlösung, so bleibt dieselbe, selbst nach tagelangem Stehen, vollkommen klar. Zur Trennung des Eisens von den obigen Metallen, versetzt man nun die neutrale, concentrirte, eisenoxydhaltige Auflösung mit einer genügenden Menge von Kaliumoxalat (1 : 6; die Farbe der Flüssigkeit geht hierbei von braunroth in grün oder gelbgrün über), und fügt, unter Umrühren, conc. Essigsäure (80 pCt) im Ueberschuss hinzu. Anstatt Essigsäure kann man auch das aus gleichen Volumen bestehende Gemisch von Essigsäure (80 pCt.), Alkohol (95 pCt.) und Wasser anwenden. Die Fällung wird zweckmässig in einer Porzellanschale vorgeuommen und die Flüssigkeit einige Zeit im Wasserbade erhitzt. Verdünnte Auflösungen werden vor der Fällung zuerst im Wasserbade concentrirt. Zeigt die zu fällende Flüssigkeit saure Reaction, so wird die freie Säure vorher durch Abdampfen möglichst entfernt, dann die Flüssigkeit mit Natriumcarbonat bis zur alkalischen Reaction versetzt²⁾, der Niederschlag in concentrirter Oxalsäure gelöst, Kaliumoxalat und schliesslich Essigsäure hinzugefügt. Nach dem Erkalten wird der entstandene Niederschlag filtrirt und von dem Eisenoxalat durch Auswaschen mit Essigsäure oder der obigen Mischung vollkommen befreit. Ist die Menge von Eisenoxyd bedeutend, so erhalten die Niederschläge (wahrscheinlich in Folge partieller Reduction des Eisenoxalats) leicht eine geringe Menge desselben zurück, was bei Zink und Mangan schon an der Farbe der Niederschläge ersichtlich ist. Zu diesem Falle wird der durch Decantation ausgewaschene Niederschlag in der Porzellanschale mit verd. Chlorwasserstoffsäure gelöst, die Lösung im Wasserbade bis fast zur Trockne verdampft, der Rückstand mit wenig Wasser versetzt, mit Natriumcarbonat alkalisch gemacht und dann mit Essigsäure übersättigt. Der jetzt erhaltene Niederschlag ist eisenfrei. Detaillirte Angaben und analytische Belege behalte ich mir vor.

Aachen, 6. Juli 1877.

¹⁾ Bei der im hiesigen Laboratorium ausgeführten Analyse eines Nickelsteins, welcher 30 pCt. Eisen, auf Oxyd berechnet, enthielt, zeigte es sich, dass selbst nach fünfmaliger Ausfällung des Eisens, dasselbe noch Kobalt und Nickel enthielt.

²⁾ Geringe Mengen von Säure können ohne vorheriges Abdampfen direct mit Natriumcarbonat neutralisirt werden.