

### 115. F. Beilstein und L. Jawein: Ueber die quantitative Bestimmung des Zinks.

(Eingegangen am 13. März.)

Wir beschreiben in Folgendem ein einfaches und bequemes Verfahren zur Bestimmung jeder beliebigen Menge Zink auf elektrolytischem Wege. Versuche in dieser Richtung sind schon früher von verschiedenen Beobachtern angestellt worden; dieselben haben aber zu keiner allgemeinen anwendbaren Methode geführt.

Zuerst hat Luckow<sup>1)</sup> angegeben, man könne das Zink aus neutraler Lösung, bei Gegenwart von Natriumacetat, völlig ausfällen, Belege und Detailangaben über die Ausführung der Versuche sind nicht geliefert worden. — Dann hat Wrightson<sup>2)</sup> mitgeteilt, dass Zink aus der Lösung des Sulfats, nach Zusatz von Ammoniak niedergeschlagen werde. — Parodi und Mascazzini<sup>3)</sup> empfehlen die elektrolytische Fällung des Zinks aus der mit überschüssigem Ammoniumacetat versetzten Lösung von Zinksulfat vorzunehmen.

Die genauesten Angaben über elektrolytische Zinkfällung hat Riche<sup>4)</sup> gemacht. Nach ihm wird das Zink aus der durch einige Tropfen Schwefelsäure angesäuerten Lösung des Sulfates, bei Gegenwart von viel (5 g) Ammoniumsulfat niedergeschlagen. Ist die Zinkmenge eine erhebliche, so muss nach einiger Zeit der Zusatz von Ammoniumsulfat erneuert werden. Die Versuche, das Zink aus essigsaurer Lösung niederzuschlagen gaben weniger gute Resultate und aus ammoniakalischer Lösung fiel das Zink in nicht zusammenhängenden Stücken aus.

Die Bestimmung kleiner Mengen (10—20 mg) ist nach allen Methoden leicht ausführbar.

Unsere Beobachtungen stimmen im Allgemeinen mit denen Riche's überein. Die Fällung aus essigsaurer oder ammoniakalischer Lösung geht sehr langsam vor sich und ist daher bei irgend erheblichen Mengen Zink nicht wohl ausführbar. Aus schwach schwefelsaurer Lösung wird das Zink rasch gefällt, allein wir erhielten keine scharfen Zahlen. Das Zink wird in einer leicht oxydirbaren Form niedergeschlagen und das Entfernen desselben aus der sauren Flüssigkeit ist immer mit Verlusten verknüpft. Auf folgende Weise gelang es uns, das Zink in einer sehr resistenten Form abzuscheiden.

Die salpeter- oder schwefelsaure Lösung des Zinks wird mit Natron bis zur Entstehung eines Niederschlages und dann so lange mit Cyankaliumlösung versetzt, bis eine klare Lösung erfolgt. Man

1) Jahresb. der Chemie 1865, 686.

2) Fresenius, Zeitschr. f. analyt. Chemie 15, 803.

3) Dasselbst 16, 469.

4) Annales de chim. phys.

taucht nun die Platinelektroden<sup>1)</sup> in die Flüssigkeit und leitet den Strom von 4 Bunsen'schen Elementen hindurch. Ist das Flüssigkeitsvolumen klein, so erhitzt sich die Flüssigkeit stark. Man stellt dann das Becherglas mit der Lösung in eine Schale mit Wasser. Die von uns benutzten Elemente bestanden aus Zinkcylindern von 15.5 cm Höhe. Die Kohle tauchte in Salpetersäure. Im Mittel wurde pro Stunde 0.1 g Zink gefällt. Man kann danach die Dauer des Versuches bemessen. Glaubt man, dass alles Zink ausgefällt ist, so hebt man die Elektroden aus der Lösung, was ohne alle Gefahr einer nachträglichen Lösung erfolgt. Das Zink wird mit Wasser, dann mit Alkohol, schliesslich mit Aether abgewaschen und im Exsiccator getrocknet. Das so vorbereitete Zink kann stundenlang im Luftbade bei 100° erhitzt werden, ohne sich zu oxydiren. Nach dem Wägen löst man das Zink in Salz- oder Salpetersäure und führt die gereinigte und gewogene Platinelektrode wieder in die Lösung ein. Man überzeugt sich in dieser Weise von der völligen Fällung des Zinks. Bei unseren ersten Versuchen führten wir, nach dem Wägen, die mit Zink bedeckte Platinelektrode direct wieder in die Lösung ein. Dadurch verzögerte sich aber die Fällung des Zinks ganz ausserordentlich. Der kleine Zeitverlust, bedingt durch das Ablösen des Zinks und die Wägung der Elektrode, wird reichlich aufgehoben durch die beschleunigte Fällung des Zinks. Bei Anwendung von nur 2 Bunsen'schen Elementen (von der angeführten Grösse) erfolgt die Abscheidung des Zinks sehr langsam.

Nach dem Entfernen des Zinks von der Elektrode bemerkt man fast regelmässig schwarze Flecke auf dem Platin. Dieselben rühren von feinvertheiltem Platin her. Wahrscheinlich hat sich ein Theil des niedergeschlagenen Zinks mit dem Platin legirt und bei dem darauf folgenden Auflösen des Zinks bleibt dann jenes (chemisch?) gebundene Platin zurück. Zur Prüfung unseres Verfahrens elektrolysirten wir zunächst eine Lösung von Zinksulfat.

30 ccm der Lösung gaben einen Niederschlag von 0.5225 g Zn.

30 ccm gaben beim Fällen mit Soda 0.6523 g ZnO = 0.5234 g Zn.

Eine Analyse von Messing führten wir in der Art aus, dass wir 0.8017 g Messing in Salpetersäure lösten, die Lösung zur Trockne verdunsteten, den Rückstand in Wasser lösten und zunächst das Kupfer elektrolytisch fällten. Erhalten Kupfer = 0.5382 g. Die Platinspirale hatte sich mit einem Anfluge von Bleisuperoxyd bedeckt; der 0.00015 g wog = 0.015 pCt. Blei. (Eine directe Bleibestimmung mit Schwefelsäure ergab einen Bleigehalt von 0.012 pCt.) Erhalten an Zink = 0.2640 g. — Daraus ergibt sich folgende Zusammensetzung des Messings:

<sup>1)</sup> Fresenius, Zeitschr. f. analyt. Chemie 8, 28; 11, 6.

Cu	=	67.13
Zn	=	32.93
Pb	=	0.01
		100.07.

**116. F. Beilstein u. L. Jawein: Behandlung der Bunsen'schen Elemente.**

(Eingegangen am 13. März.)

Es ist ein grosser Uebelstand, dass an den in chemischen Laboratorien benutzten Elementen die metallischen Verbindungsstücke, Leitungsdräthe und Klemmschrauben rasch rosten und dann den galvanischen Strom hemmen. Fort und fort ist man genöthigt, durch Anfeilen oder Abreiben frischleitende Oberflächen herzustellen. Wir glauben dem chemischen Publikum durch Mittheilung eines sehr einfachen Mittels, welches den gerügten Uebelstand ganz erheblich vermindert, einen Dienst zu erweisen.

Alle blank geputzten Metalltheile der Batterie reiben wir nämlich mit Oleonaphta ein. Dies ist ein aus kaukasischem Petroleum bereitetes, gut gereinigtes Schmieröl, das von der Fabrik von Ragosin in Nischny-Nowgorod in grossen Mengen und zu niederem Preise in den Handel gebracht wird. Die Verbindungsbleche erhalten sich lange Zeit unverändert. An den Klemmschrauben, welche auf der in Salpetersäure tauchenden Kohle sitzen, ist nicht die geringste Rostbildung wahrzunehmen. Die geringe Menge Oel, welche auf der Oberfläche der Metalltheile haften bleibt, setzt dem Strom keinen merkbaren Widerstand entgegen. Vielleicht mögen empfindliche Widerstandsmessungen eine Differenz ergeben, bei unseren elektrolytischen Versuchen vermochten wir durchaus keinen Unterschied wahrzunehmen.

St. Petersburg, Technologisches Institut.

**117. W. Königs: Ueber Nitrochinolin.**

Mittheilung aus dem chem. Laborat. d. Akad. d. Wissenschaften in München.]

(Eingegangen am 13. März.)

Die nahen Beziehungen, welche ich vor Kurzem<sup>1)</sup> zwischen der Cinchoninsäure und der Oxycinchoninsäure einerseits und dem Chinolin andererseits nachgewiesen habe, veranlassten mich geeignete Anhaltspunkte für ein eingehendes Studium des Chinolins zu suchen. Substitutionsprodukte desselben sind im Jahre 1870 von Lubavin<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Diese Berichte XII, 79.

<sup>2)</sup> Ann. Chem. Pharm. 155, S. 311.