

Auf die chemische Zusammensetzung der von uns durch Wasserstoffhyperoxyd erhaltenen Bleiniederschläge kommen wir später in einer besonderen Arbeit zurück.

Resultate.

I. Analyse: 0.5336 g $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ und 0.3966 g $\text{CuSO}_4, 5\text{H}_2\text{O}$ gaben $= 0.3600 \text{ PbO} = 67.46 \text{ pCt.}$ und $0.1252 \text{ g CuO} = 31.57 \text{ pCt.}$ (die Theorie verlangt $= 31.81 \text{ pCt.}$).

II. Analyse: 0.4382 g $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ und 0.4040 g $\text{CuSO}_4, 5\text{H}_2\text{O}$ gaben $= 0.2942 \text{ g PbO} = 67.14 \text{ pCt.}$ und $0.1282 \text{ g CuO} = 31.73 \text{ pCt.}$

Heidelberg. Universitäts-Laboratorium. August 1893.

450. P. Jannasch und J. Lesinsky: Ueber quantitative Metall-Trennungen in alkalischer Lösung durch Wasserstoffhyperoxyd.

(Eingegangen am 7. October; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

[VII. Mittheilung].

Die Trennung des Bleis von Zink und Nickel.

1. Trennung von Blei und Zink.

Zur Trennung von Blei und Zink nach der Wasserstoffhyperoxydmethode wurden ca. 0.5 g Bleinitrat und 0.3 g Zinkoxyd in 50 ccm Wasser unter Zusatz von 2 ccm concentrirter Salpetersäure aufgelöst, darauf mit einer Mischung von 40 ccm Wasserstoffhyperoxyd (2—3 pCt.) und 15 ccm concentrirtem Ammoniak und zum Schluss mit 5 ccm Ammoncarbonatlösung in der Kälte versetzt. Man lässt jetzt die röthlichgelbe Bleifällung einige Minuten unter öfterem Umrühren stehen, filtrirt sodann und wäscht den Niederschlag zuerst mit verdünntem Ammoniak und zuletzt nur mit kaltem Wasser aus. Der getrocknete Bleiniederschlag wird genau so behandelt, wie wir es bei der Trennung von Blei und Kupfer ausführlich beschrieben haben (cf. VI. Mittheilung S. 2331).

Die Lösung des Zinks dampft man in einer Berliner Porzellanschale stark ein zur vollständigen Verjagung des überschüssigen Ammoniaks, fügt nun 5 g chemisch reines Natriumhydroxyd hinzu und kocht, bis es nicht mehr nach Ammoniak riecht, worauf man mit Salzsäure ansäuern und mit Natriumcarbonat, wie üblich, das Zink fällen kann. Das erhaltene Zinkoxyd ist nur allzu leicht durch Kieselsäure verunreinigt, und muss dieselbe alsdann durch Lösen des Präparates in Salzsäure, Eintrocknen dieser Lösung u. s. f. für sich

¹⁾ Siehe die früheren Arbeiten bei VI. Mitth. S. 2331.

bestimmt und in Abzug gebracht werden. War das erhaltene Zinkoxyd vollständig rein, so löst es sich in kalter, verdünnter Essigsäure rasch und vollkommen auf; hierbei erkennt man gleichzeitig eine etwaige Beimengung an Thonerde.

Sicherlich wird sich die Trennung von Blei und Zink durch Wasserstoffhyperoxyd auch unter anderen Verhältnissen als den hier zunächst gewählten ausführen lassen; jedoch bedürfen dieselben der experimentellen Bestätigung. Besonders günstigen Erfolg versprechen wir uns auch von der Auscheidung des Bleis in krystallisirter Form, Auswaschen des betreffenden Niederschlages mit ammoniakalischem Wasserstoffhyperoxyd in der Wärme u. s. f. (cf. die Trennung von Blei und Kupfer, a. a. O.).

1. Analyse. 0.6414 g Bleinitrat u. 0.3770 g Zinkoxyd gaben = 0.4310 g Bleioxyd = 67.20 pCt. (Theorie = 67.34 pCt.) u. 0.3761 g = 99.76 pCt.

2. Analyse. 0.5782 g Bleinitrat u. 0.2964 g Zinkoxyd gaben = 0.3910 g Bleioxyd = 67.62 pCt. u. 0.2960 g Zinkoxyd = 99.86 pCt.

2. Trennung von Blei und Nickel.

Angewandt wurden zu dieser Trennung Bleinitrat, sowie das leicht rein darstellbare und an der Luft sehr beständige, mit 6 Mol. Wasser krystallisirende Nickel-Kaliumsulfat.

Man löst 0.5 g Bleinitrat und 0.4 g Nickelkaliumsulfat in 50 ccm Wasser unter gleichzeitigem Zusatz von 5 ccm concentrirter Salpetersäure, fügt 5 ccm Eisessig und 15 ccm concentrirtes Ammoniak hinzu, um das gebildete Bleisulfat wieder in Lösung zu bringen, und fällt nun das Blei wie oben mit einer Mischung von Wasserstoffhyperoxyd und Ammoniak. In dem vorliegenden Falle benutzten wir 75 ccm Wasserstoffhyperoxyd auf 20 ccm concentrirtes Ammoniak. Ein nachträglicher Zusatz von Ammoncarbonatlösung war hier nicht erforderlich, da sich das bei der Trennung gewonnene Nickeloxycyd stets als vollkommen bleifrei erwies¹⁾. Der erhaltene Bleiniederschlag war flockig (nicht krystallinisch) und wurde zur Wägung wie bei der Trennung von Blei und Kupfer behandelt (siehe weiter oben).

Das ammoniakalische Nickelfiltrat dampft man zur Trockue ein, versetzt darauf mit 15 ccm concentrirter Salzsäure (zur Verjagung der Essigsäure etc.) und trocknet nochmals. Nun löst man von Neuem unter Zusatz von etwas verdünnter Salzsäure und filtrirt von ausgeschiedener Kieselsäure ab. Diese Lösung (ca. 250—300 ccm) wird in einer Porzellanschale zum Kochen erhitzt, alsdann mit 4 g Hydroxylaminchlorid (in Lösung) und am Ende unter Umrühren mit

¹⁾ Das erhaltene Bleihyperoxydhydrat schliesst seinerseits kein Bleisulfat ein; die vorhandene Schwefelsäure kann in dem ammoniakalischen Filtrat quantitativ bestimmt werden; cf. Journ. f. prakt. Chem., N. F. 45, 111.

60—70 ccm einer 15 procentigen reinen Natronlauge versetzt. Der Nickelniederschlag entsteht nicht sofort, sondern erst, wenn die nöthige Menge Natronlauge zugegen und nur dann vollständig, wenn die Flüssigkeit entsprechend lange (3—5 Minuten) gekocht hat. Jetzt verdünnt man wiederum stark mit heissem Wasser, lässt den Niederschlag sich absetzen, decantirt zweckmässig einige Male und bringt erst dann den Niederschlag vollständig auf das Filter, woselbst er mit kochendem Wasser sorgfältig ausgewaschen wird. Zu bemerken ist an dieser Stelle, dass man auch mit Natron allein bei gleichzeitigem Vorhandensein geringer Ammoniakmengen das Nickel vollständig auszufällen im Stande ist¹⁾. Dieser letztere Niederschlag filtrirt hier aber äusserst langsam ab und lässt sich nur schwierig auswaschen, während im Gegensatz dazu die Hydroxylaminfällung weit vortheilhaftere Eigenschaften aufweist. Der Hydroxylaminniederschlag besitzt nicht den mattgrünen Farbenton der blossen Natronfällung, sondern ist lebhafter und mehr bläulichgrün gefärbt.

Bei obigen Blei-Trennungen ist von uns noch nicht die besondere Wirkung grösserer Ueberschüsse von Wasserstoffhyperoxyd (cf. die Trennung von Blei und Kupfer) studirt worden, auch ist genauer zu untersuchen, wie sich die Bleifällungen in der Wärme und Kochhitze verhalten. Ausser diesen letzteren Versuchen und weiteren Blei-Trennungen beschäftigen uns gegenwärtig die Trennungen des Wis-muths vom Kupfer, Cadmium und anderen Metallen, sowie mit Herrn J. Locke zusammen diejenigen des Eisens und Zirkons von Cobalt, Titan und Nickel in ammoniakalischen Lösungen durch Wasserstoffhyperoxyd.

1. Analyse. 0.5053 g Bleinitrat und 0.4186 g Nickelkaliumsulfat gaben = 0.3390 g Bleioxyd = 67.09 pCt. und 0.0710 g Nickeloxyd = 16.96 pCt. (Theorie = 17.10 pCt.)

2. Analyse. 0.4616 g Bleinitrat und 0.4164 g Nickelkaliumsulfat gaben = 0.3100 g Bleioxyd = 67.16 pCt. u. 0.0726 g Nickeloxyd = 17.44 pCt.

Heidelberg. Universitäts-Laboratorium. September 1893.

¹⁾ Fresenius, Quant. Analyse I, 264.