



Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie

Qualitative Analyse

Treadwell, Frederick P.

Leipzig [u.a.], 1948

Trennung von Mangan, Nickel, Kobalt und Zink (Tab.)

[urn:nbn:de:hbz:466:1-94840](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:hbz:466:1-94840)

Tabelle II.

Man versetzt die zum Sieden erhitzte und schwach saure, salmiakhaltige Lösung tropfenweise mit frisch bereitetem Schwefelammonium, bis keine weitere Fällung entsteht, filtriert und wäscht dreimal mit Wasser, dem man einige Tropfen Schwefelammonium zugefügt hat, aus. Die erhaltenen Sulfide „klatscht“ man in eine Porzellanschale ab, übergießt mit kalter doppeltnormaler Salzsäure, rührt mit einem Glasstabe um, bis kein Schwefelwasserstoff mehr entwickelt wird, und filtriert.

Rückstand (CoS, NiS).

Man prüft den Rückstand auf Kobalt, indem man eine kleine Probe in der Boraxperle erhitzt:

Eine blaue Perle zeigt Kobalt an.
Zur Prüfung auf Nickel löst man eine kleine Probe des Sulfids in wenigen Tropfen Königswasser, dampft tropfenweise bis zur Lösung in wenig Wasser, fügt Cyankalium tropfenweise bis zur völligen Lösung des entstehenden Niederschlages zu, fügt 2–3 ccm Natronlauge hinzu und leitet in die kalte Lösung Chlor ein (vgl. Seite 169). Bei Anwesenheit von Nickel entsteht nach wenigen Minuten eine schwarze Fällung von Ni(OH)_2 .

Noch besser lassen sich geringe Nickelmengen nach der Tschugaeffschen Reaktion (Seite 172) nachweisen. Man versetzt die wässrige Lösung des Eindampfrückstandes mit 1 ccm einer 10%igen alkoholischen Lösung von Dimethylglyoxim, kocht und fügt etwas Ammoniak hinzu; eine rosenrote Fällung zeigt Nickel an.

NB. War beim Prüfen auf Kobalt die Perle braun, so ist die Anwesenheit des Nickels erwiesen; eine weitere Prüfung ist unnötig. Es können aber geringe Kobaltmengen zugegen sein. Um diese zu konstatieren, löst man eine größere Menge des Niederschlages in Königswasser, verdampft zur Trockene, löst in möglichst wenig Wasser, fügt eine konzentrierte Kaliumnitritlösung hinzu, säuert mit Essigsäure an und läßt 12 Stunden stehen. Ein gelber kristallinischer Niederschlag von $[\text{Co}(\text{NO}_2)_2\text{K}]$ zeigt Kobalt an.

Noch besser lassen sich geringe Kobaltmengen nach der Vogelschen Reaktion nachweisen. Zu diesem Zwecke versetzt man die wässrige Lösung des Eindampfrückstandes mit einer konzentrierten Lösung von Ammonrhodanat und schüttelt mit einigen Kubikzentimetern einer Mischung von 1 Teil Amylalkohol und 10 Teilen Äther aus. Färbt sich die obenauf schwimmende Amylalkoholätherlösung blau, so ist Kobalt anwesend.

Trennung von Mangan, Nickel, Kobalt und Zink.

Man kocht die Lösung bis zum Verschwinden des Schwefelwasserstoffgeruches, fällt mit starker Kalilauge und filtriert:

Lösung (MnCl_2 , ZnCl_2 und Spuren von NiCl_2).

Niederschlag $[\text{Mn}(\text{OH})_2]$ mit wenig $\text{Ni}(\text{OH})_2$.

Lösung $[\text{Zn}(\text{OK})_2]$

a) Man löst in wenig Salzsäure, verdampft zur Trockene, löst in wenig Wasser, fügt einige Tropfen Cyankalium hinzu, verdünnt stark mit Wasser, fügt $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ hinzu und kocht:

Eine fleischrote Fällung von MnS zeigt Mangan an.

b) Man löst eine kleine Probe des Niederschlages in konzentrierter Salpetersäure, fügt eine Messerspitze Bleiperoxyd hinzu, kocht und verdünnt mit etwas Wasser.

Die überstehende Lösung färbt sich bei Gegenwart von Mangan rot.

c) Man schmilzt eine kleine Probe des Niederschlages mit Soda und Salpeter auf dem Platinblech.

Die Schmelze erscheint bei Anwesenheit von Mangan grün.

Löst man die grüne Schmelze in wenig Wasser und säuert mit einigen Tropfen Essigsäure an, so färbt sich die grüne Lösung rot.

Man säuert mit Essigsäure an und leitet Schwefelwasserstoff ein: Ein weißer Niederschlag von ZnS zeigt Zink an.

Der Niederschlag wird filtriert, gewaschen und ein kleiner Teil desselben auf Filterpapier, das in einer Platinspirale festgehalten wird, gebracht, mit Salpetersäure behandelt, zur Trockene verdampft, mit verdünnter Kobaltnitratlösung befeuchtet und gegläht.

Eine grüne unschmelzbare Masse (Rinnmanns Grün) zeigt Zink an (S. 185).