

Vorprüfungen.

- 1) Prüfung auf Chrom. Das concentrirte Filtrat vom H_2S -Niederschlag oder die mit H_2S behandelte ursprüngliche Flüssigkeit sieht bei Anwesenheit von Chrom grün oder violett aus. Eine gutetete Probe des $(NH_4)_2S$ -Niederschlags liefert eine grüne Phosphorsalzperle und, mit Salpeter und Soda geschmolzen, eine gelbe Schmelze von CrO_4K_2 . Die filtrirte und mit Essigsäure neutralisirte Lösung derselben giebt mit Silbernitrat rollbraunes CrO_4Ag_2 .
- 2) Prüfung auf Phosphorsäure. Eine Probe des $(NH_4)_2S$ -Niederschlags wird mit verd. NO_3H erwärmt und zu der warmen (nicht kochen) filtrirten Lösung Ammoniummolybdat gefügt. Bei Gegenwart von Phosphorsäure fällt, oft erst nach einiger Zeit, gelbes phosphormolybdätsaures Ammoniak aus $[PO_4(NH_4)_3MO_6O_3]$.
- 3) Prüfung auf Oxalsäure. Eine Probe des Niederschlags wird mit einer concentrirten Lösung von Natriumcarbonat gekocht, die laus filtrirte Lösung mit Essigsäure angesäuert und mit $CaCl_2$ versetzt. Weißer Niederschlag: Oxalsaurer Kalk, C_2O_4Ca .

Verarbeitung des bei Gegenwart von Salmiak durch Ammoniak und Schwefelammonium erhaltenen Niederschlags¹⁾.

In allen Fällen wird der ausgewaschene Schwefelammonium-Niederschlag, der sich nicht an der Luft oxydirt haben darf, mit kalter verdünnter Salzsäure (1 Vol. HCl von 1,12 spec. Gew. und mindestens 5 Vol. Wasser) behandelt.

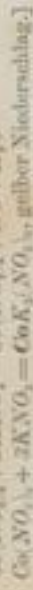
Der schwarze Rückstand kann Schwefelnickel und Schwefelkobalt enthalten.

Trennung von Nickel und Kobalt.

Methode 1. NiS und CoS wird in NO_3H gelöst; die Lösung fast zur Trockene verdampft; der Rückstand mit wenig Wasser aufgenommen und diese Lösung mit concentrirter Essigsäure und concentrirter Kaliumnitratlösung versetzt und einige Stunden stehen gelassen.

Niederschlag

gelb, pulverig: salpetrigsaures Kobaltoxyd-Kali.



Lösung

$[Ni(NO_3)_3 + 4NO_2K]$. Mit $NaOH$ versetzt: opfelfarbener Niederschlag, $Ni(OH)_3$.

Methode 2. CoS und NiS wird in Königswasser gelöst, die Lösung eingedampft, mit Wasser, dann mit Cyankalium versetzt, bis der anfangs entstehende Niederschlag von $Ni(CN)_2$ und $Co(CN)_2$ sich wieder gelöst hat unter Bildung von $Ni(CN)_5$ und $Co(CN)_5$ + $4KCN$. Dann kocht man die Flüssigkeit unter Zusatz weniger Tropfen Salzsäure. Durch den O der Luft (oder des H_2O unter H -Entwicklung) wird dabei das Co -Salt in Kobaltdicyanalkalium $[Co(CN)_5, 2KCN]$ übergeführt:



während das Nickelalt unverändert bleibt. Nach Zusatz von überschüssiger Natronlösung und Bromwasser (oder $NaClO$) wird beim Erwärmen das Nickelbals unter Abspaltung von schwarzem Ni_2O_3 gefällt; die Lösung wird nach dem Filtriren mit nicht zu verdünnter NO_3H zur Zersetzung der Cyanverbindungen eingedampft und das Kobalt durch $NaOH$ als $Co(OH)_3$ gefällt.

¹⁾ Bei Gegenwart von Ni ist das Filtrat des Schwefelammoniumniederschlags durch gelbes NiS braun. Das gelbe NiS schmilzt sich beim Einleiten der Lösung mit saurem Ammoniak ab und kann dann durch Filtration entfernt werden.

Die salzsaure Lösung kann enthalten:



und

Phosphate resp. Oxalate von



Sie wird nach Tabelle XII oder Tabelle XIII verarbeitet, nachdem durch Kochen mit etwas Kaliumchlorat oder mit Salpetersäure der Schwefelwasserstoff zerstört und das Eisenchlorid in Eisenchlorid übergeführt worden ist.