

**474. Ed. Donath: Zur Bestimmung von Kobalt und Nickel.**  
 [Mittheilung aus dem Laboratorium der k. k. Bergakademie Leoben]  
 (Eingegangen am 15. September.)

E. Fleischer beschreibt im Journal f. pract. Chemie 1870, Bd. 2, S. 48<sup>1)</sup> eine sehr brauchbare Methode zur Bestimmung von Kobalt und Nickel nebeneinander, welche darin besteht, dass man die Lösung derselben halbiert und in beiden Hälften durch Kochen mit unterchlorigsaurem Natron oder Natronlauge und Brom beide Metalle in Sesquioxide  $\text{Co}_2\text{O}_3$  und  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  überführt und nun in dem Niederschlage von der einen Hälfte die Menge der letzteren direct massanalytisch bestimmt<sup>2)</sup>, den Niederschlag von der anderen Hälfte aber zuvor mit Ammoniak kocht, wodurch Nickeloxyd zu Oxydul reducirt und grösstentheils gelöst wird, während Kobaltoxyd unverändert bleibt.

Diese Reduction durch Ammoniakflüssigkeit geht aber nicht so rasch und leicht vor sich, wie man sich durch directe Versuche überzeugen kann, und man ist deshalb bei Anwendung obiger Methode nicht ganz sicher, ob alles Nickeloxyd tatsächlich zu Oxydul reducirt ist.

Diesbezüglich unternommene Versuche haben mich nun auf eine Modification des Fleischer'schen Verfahrens geführt, die auf folgenden Thatsachen beruht.

Versetzt man eine Kobaltlösung mit überschüssiger Kali- oder Natronlauge und Jod und bringt zum Kochen, so wird das Kobaltoxyd ebenso vollständig in Kobaltoxyd überführt, wie bei der ähnlichen Behandlung mit Brom; Nickeloxyd aber wird durch Kalilauge und Jod nicht verändert. Demgemäß überführt man in der einen Hälfte der vorliegenden Lösung von Kobalt und Nickel durch Kochen mit Kalilauge und Brom beide Metalle in Sesquioxide, in der anderen Hälfte aber durch ähnliche Behandlung mit Kalilauge und festem Jod oder einer gesättigten Lösung desselben in Jodkalium nur das Kobalt in Kobaltoxyd.

Zur Bestimmung des Sesquioxides in beiden Niederschlägen ziehe ich wegen der Schärfe der jodometrischen Methoden überhaupt folgendes bekannte Verfahren vor.

Die frisch vom Filter herabzubringenden Niederschläge werden in irgend einem zweckdienlichen Destillationsapparate mit Salzsäure gekocht, das nach dem Schema



sich entwickelnde Chlor in Jodkaliumlösung aufgefangen und die ausgeschiedene Menge Jods durch  $\frac{1}{10}$  Natriumdithionitlösung gemessen.

<sup>1)</sup> Auch in seinem Lehrbuch der Titrermethode, zweite Auflage S. 82.

<sup>2)</sup> Nach Fleischer durch Einbringen in eine mit Schwefelsäure versetzte, überschüssige Eisenoxydulsalzlösung und Zurücktitiren des Ueberschusses mit Chamaeleon.

Da 1 Atom Jod einem Atom Kobalt oder Nickel entspricht, die Atomgewichte letzterer gleich, nämlich 59 sind, so entspricht die Differenz der erforderlichen Anzahl Kubikcentimeter von  $\frac{1}{10}$  Natrium-dithionitlösung bei beiden Messungen multiplizirt mit 0.0059 dem Gewichte des Nickels, die Anzahl der im zweiten Falle, wo durch Kalilauge und Jod nur Kobalt allein in  $\text{Co}_2\text{O}_3$  überführt wurde, erforderten Kubikcentimeter  $\frac{1}{10}$  Dithionitlösung, ebenfalls mit 0.0059 multiplicirt, dem Gewichte des Kobalts. Bei dieser Modification des Fleischer'schen Verfahrens kann man das Kobalt direct in einer einzigen Operation maassanalytisch bestimmen, erspart sich bei Bestimmung von Kobalt und Nickel nebeneinander die Behandlung mit kochender Ammoniakflüssigkeit und ist jedenfalls sicher, dass das Nickel nur als Oxydul in dem betreffenden Niederschlage enthalten ist.

Bei der Ueberführung des Kobalts in Sesquioxyd durch Jod in der alkalischen Flüssigkeit setze man von letzterem bei gewöhnlicher Temperatur so lange zu, als die Farbe des Niederschlages noch dunkler wird und bringt erst dann zum Kochen; bei dem grossen Atomgewichte des Jods benötigt man von diesem relativ grössere Mengen.

Beim Vorwalten des Nickels namentlich wende man die Lösungen beider Metalle in verdünnterem Zustande an, da sonst durch das einhüllende Nickeloxydul die Ueberführung des Kobaltoxyduls in Oxyd nicht vollständig werden könnte.

#### 475. H. Köhler: Beitrag zur Kenntniss der substituirten Chlorstickstoffe.

[Aus dem chemischen Laboratorium des Polytechnikums zu Delft.]  
(Eingegangen am 16. September.)

Bei seinen Untersuchungen über das Dichloräthylamin machte Wurtz<sup>1)</sup> die Beobachtung, dass dieser Körper nach längerem Stehen ein krystallinisches Produkt abscheidet. Später berichtet Wilm<sup>2)</sup>, dass sich das Dichloräthylamin an feuchter Luft zersetzt unter Bildung von salzaurem Aethylamin. Neuerdings hat Tscherniak<sup>3)</sup> ebenfalls Untersuchungen über denselben Gegenstand publicirt, und giebt an, dass sich vollkommen reines Dichloräthylamin beliebig lange unzersetzt aufbewahren lasse, und dass er die Abscheidung eines krystallinischen Produkts nur an unreinen Präparaten beobachtete konnte. Vor kurzer Zeit habe ich diesen Körper nach der bequemen Methode von Tscherniak dargestellt, und ihn mit allen Eigenschaften erhalten, wie dieser Forscher sie angiebt. Nachdem durch oft wieder-

<sup>1)</sup> Compt. rend. 11, pag. 810.

<sup>2)</sup> Diese Berichte III, 427.

<sup>3)</sup> Ebendaselbst IX, 143.