

Bestimmung der Löslichkeit einiger Metallhydroxyde in Wasser.

Von GUSTAV ALMKVIST.

Die Hydroxyde, deren Löslichkeit ich bestimmt habe, sind $\text{Ni}(\text{OH})_2$, $\text{Co}(\text{OH})_2$, $\text{BiO}(\text{OH})$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$.

Weil ich diese Bestimmungen zu analytischen Zwecken gemacht habe, habe ich sie in gewöhnlichem destilliertem Wasser gemacht, obgleich dasselbe etwas CO_2 gelöst enthält. Einige dieser Hydroxyde können daher zum Teil in basische Karbonate übergegangen sein. Dies gilt jedoch nur von $\text{Ni}(\text{OH})_2$ und $\text{BiO}(\text{OH})$, während die übrigen wie bekannt keine Karbonate bilden.

$\text{Ni}(\text{OH})_2$.

Als Ausgangsmaterial wurde $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ angewandt. Nachdem dieses Salz durch dreimaliges Umkristallisieren gereinigt worden war, wurde $\text{Ni}(\text{OH})_2$ durch NaOH in geringem Überschuß ausgefällt. Der Niederschlag wurde etwa 15 Minuten in einer silbernen Schale gekocht, darauf abfiltriert und mit warmem Wasser ausgewaschen, bis das Waschwasser nicht mehr durch Phenolphthalein gefärbt wurde. Darauf wurde er in einem großen Kolben mit Wasser suspensiert und etwa 48 Stunden unter stetigem Umrühren stehen gelassen. Der Kolben war mit einem dicht schließenden Kork versehen, durch welchen außer dem Rührer auch ein Thermometer in die Lösung niedergesenkt war. Die Temperatur war während des Versuches etwa 20° und die Variationen überstiegen nicht 1° . Nachdem der ungelöste Rückstand abfiltriert worden war, wurde von dem Filtrate genau 2 Liter in einer Silberschale auf dem Wasserbade auf ein Volum von etwa 100 ccm verdampft. Darauf wurde die Lösung in eine Porzellanschale gegossen, und das ausgeschiedene $\text{Ni}(\text{OH})_2$ in verdünnter Salzsäure gelöst. Weil Spuren von Silber in die Lösung gegangen waren, wurde Ag durch einige Tropfen Jodkaliumlösung ausgefällt, abfiltriert und mit Wasser ausgewaschen. Weil die Löslichkeit des Jodsilbers von bedeutend niedriger Größenordnung ist als die des Nickelhydroxyds, kann die in der Lösung vorhandene Menge AgJ gegen $\text{Ni}(\text{OH})_2$ vernachlässigt werden. Nachdem die Lösung noch etwas eingedampft war, wurde sie durch H_3N neutralisiert, und das Ni durch $(\text{H}_4\text{N})_2\text{S}$ in möglichst kleinem Überschuß als NiS gefällt. Der Niederschlag wurde darauf abfiltriert, ein paarmal mit schwach schwefelammoniumhaltigem Wasser gewaschen, bis das Jodkalium vollständig ausgewaschen worden war, und darauf in einem Platintiegel nebst dem Filter durch konzentrierte Salpetersäure und Schwefelsäure oxydiert. Der Inhalt des Tiegels wurde auf dem Wasserbade zur Trockne verdampft, auf einem Kranzbrenner geglüht und gewogen, bis konstantes Gewicht erhalten wurde. Die Temperatur ist dabei auf etwa 400° gestiegen, und wasserfreies NiSO_4 wurde erhalten.¹ Weil die Löslichkeit des Schwefelnickels von derselben Größen-

¹ GMELIN-KRAUT, *Handbuch der anorg. Chem.* V, I, 65.

ordnung wie die des Hydroxyds ist, wurde das Volumen des Filtrates außer dem des Waschwassers nach der Ausfällung von NiS gemessen, und das Schwefelnickel, welches darin gelöst war, nach den Löslichkeitstabellen von LANDOLT-BÖRNSTEIN berechnet, als Sulfat umgerechnet und zu der gewogenen Menge NiSO_4 addiert.

Diese Methode Ni zuerst auszufällen, ehe man es in Sulfat überführt, ist wahrscheinlich sicherer als die ganze ursprüngliche Lösung nach Zusatz von Schwefelsäure zur Trockne zu verdampfen und den Rückstand zu wägen, weil zwei Liter destilliertes Wasser eine nicht unbedeutende Menge fester Verunreinigungen gelöst enthalten kann.

Noch eine solche Bestimmung wurde gemacht, wobei das Ni(OH)_2 etwa 96 Stunden in derselben Menge Wasser und bei derselben Temperatur gestanden hatte. Folgende Werte wurden erhalten:

Erste Bestimmung	12.6 mg pro Liter
Zweite Bestimmung	12.8 „ „ „
Mittelzahl	12.7 mg pro Liter

Co(OH)_3

Die Bestimmung wurde auf dieselbe Weise wie bei Nickel ausgeführt. Jedoch wurde bei der Fällung mit Natron H_2O_2 in reichlicher Menge zugesetzt, um zweiwertiges Co zu dreiwertigem zu oxydieren. Die Temperatur der Lösung war gleichfalls 20° . Bei der Erhitzung auf dem Kranzbrenner erhält man $\text{CoSO}_4 + \text{H}_2\text{O}$.¹ Folgende Werte wurden erhalten:

Erste Bestimmung	3.23 mg pro Liter
Zweite Bestimmung	3.13 „ „ „
Mittelzahl	3.18 mg pro Liter

BiO(OH) .

Als Ausgangsmaterial wurde BiCl_3 angewandt. Die Bestimmung wurde in derselben Weise wie die vorigen ausgeführt, außer daß Bi_2S_3 , nachdem es durch konzentriertes HNO_3 oxydiert worden war, stark geglüht und als Bi_2O_3 gewogen wurde. Durch Kochen mit Alkali wird Bi(OH)_3 entwässert, bildet aber in Berührung mit Wasser zuletzt das Hydroxyd BiO(OH) .² Folgende Werte wurden erhalten:

Erste Bestimmung	1.41 mg pro Liter
Zweite Bestimmung	1.46 „ „ „
Mittelzahl	1.44 mg pro Liter

Fe(OH)_3 .

Als Ausgangsmaterial wurde $(\text{H}_4\text{N})_2\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_4$ angewandt, das durch zweimaliges Umkristallisieren gereinigt wurde. Aus der Lösung wurde Fe(OH)_3 durch H_3N gefällt, und die Lösung darauf etwa 15 Minuten in einer Silberschale gekocht. Der Niederschlag wurde darauf abfiltriert, mit Wasser ausgewaschen, bis das Waschwasser nicht mehr durch Phenolphthalein gefärbt wurde, und in einem großen Kolben mit destilliertem Wasser suspensiert, worin er etwa 96 Stunden unter stetigem Umrühren bei 20° Temperatur stehen gelassen wurde. Nachdem der ungelöste Rückstand abfiltriert worden war, wurde vom Filtrate genau 2 Liter zu etwa 50 ccm eingedampft. Nachdem die Lösung durch H_2SO_4 angesäuert worden war, wurde der Eisengehalt kolorimetrisch durch Rodanammionium be-

¹ GMELIN-KRAUT, *Handbuch der anorg. Chem.* V, I, 235.

² GMELIN-KRAUT, *Handbuch der anorg. Chem.* III, II, 956.

stimmt.¹ Zwei solche Bestimmungen wurden gemacht, wobei folgende Werte erhalten wurden:

Erste Bestimmung	0.155 mg pro Liter
Zweite Bestimmung	0.146 „ „ „
Mittelzahl	0.151 mg pro Liter

$\text{MnO}(\text{OH})_2$.

Als Ausgangsmaterial wurde MnSO_4 angewandt. Die Bestimmung wurde in derselben Weise wie bei Fe ausgeführt, jedoch wurde bei der Fällung mit $\text{H}_2\text{N H}_2\text{O}_2$ in großer Menge zugesetzt. Der Mangangehalt der Lösung wurde auch kolorimetrisch bestimmt, indem Mn durch $(\text{H}_4\text{N})_2\text{S}_2\text{O}_8 + \text{AgNO}_3$ in schwefelsaurer Lösung zu HMnO_4 oxydiert wurde.² Zwei solche Bestimmungen wurden gemacht. Bei der ersten wurde $\text{MnO}(\text{OH})_2$ etwa 96 Stunden in destilliertem Wasser unter stetigem Umrühren stehen gelassen, bei der zweiten etwa 240 Stunden. Die Temperatur war etwa 22°. Folgende Werte wurden erhalten:

Erste Bestimmung	0.53 mg pro Liter
Zweite Bestimmung	0.32 „ „ „
Mittelzahl	0.43 mg pro Liter

Die wenig gute Übereinstimmung der beiden Werte könnte vielleicht von dem großen Unterschied zwischen den Zeiten, während welcher das Hydroxyd im destillierten Wasser gestanden hatte, abhängen. Die Löslichkeit der Hydroxyde scheint nämlich mit der Zeit abzunehmen. Es ist auch möglich, daß Mn in der ersten Probe nicht ganz vollständig zu vierwertiger Valenz oxydiert worden ist, und die Löslichkeit der Manganhydroxyde scheinen von zweiwertiger zu vierwertiger Valenz abzunehmen.

Schließlich möchte ich Herrn Professor Dr. K. A. VESTERBERG für das Interesse, das er für diese Arbeit gezeigt hat, meinen Dank aussprechen.

¹ CUMMING and KAY, *Quantitative Chem. Analysis*, 156.

² CUMMING and KAY, *Quantitative Chem. Analysis*, 162.

Stockholm, Chemisches Laboratorium der Hochschule.

Bei der Redaktion eingegangen am 20. Dezember 1917.