



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Technik der Experimentalchemie

Arendt, Rudolf

Hamburg [u.a.], 1900

V. Massanalyse.

[urn:nbn:de:hbz:466:1-84031](#)

auf Zusatz von Schwefelsäure die Barytreaktion, demnach besteht der Niederschlag aus Bariumcarbonat. Es hat also vollständige Wechselzersetzung der alkalischen Carbonate mit dem Bariumsulfat stattgefunden.

V. Massanalyse.

Da es bei dem theoretischen Unterricht in der anorganischen Chemie nur darauf ankommt, die Prinzipien der Massanalyse zu lehren und durch Versuche zu illustrieren, so wird man sich auf einige der wichtigsten Methoden beschränken können.

§ 172. Alkalimetrie und Acidimetrie.

Reine konzentrierte Schwefelsäure, reine krystallisierte Oxalsäure, Natriumhydrat.

Man gieße in einen geachten Literkolben etwa 600 ccm destilliertes Wasser, fasse mittels der Pipette 26,6 ccm reine konzentrierte Schwefelsäure von 66° Bé., lasse dieselbe in das Wasser fließen, mische durch Umschütteln gut und lasse die Mischung völlig erkalten. Hierauf verdünnt man sie mit so viel Wasser, daß das Gesamtvolum 1 l beträgt. Die Lösung besitzt annähernd die Stärke der Normalschwefelsäure, welche in einem Liter 49 g H_2SO_4 ($= \frac{1}{2}$ Mol.) enthalten soll. Hiervon bereitet man sich eine Zehntelnormallösung, indem man 100 ccm davon auf 1 l verdünnt. — Um mit Hilfe dieser Normalsäure Normalnatronlösung herzustellen, löse man etwa 50 g reines Natriumhydrat in 800 ccm Wasser und lasse wiederum vollständig abkühlen. Jetzt bringe man 20 ccm Normalschwefelsäure in ein Becherglas, verdünne sie mit Wasser, setze einige Tropfen Lackmuslösung hinzu, fülle eine 50 Kubikcentimeterbürette mit der klaren Natronlösung bis zum Nullpunkt und lasse unter Umrühren daraus so lange zu der gefärbten Schwefelsäure fließen, bis die Farbe eben aus Rot in Violett übergeht (Fig. 757). Hierzu wird man, da die nach dem angegebenen Verhältnis bereitete Natronlösung im Vergleich mit der Normalschwefelsäure zu stark ist, weniger als 20, z. B. 13,3 ccm brauchen. Da nun beide Lösungen gleichwertig sein sollen, d. h. so, daß gleiche Volume derselben einander völlig neutralisieren, so wird man die Natronlösung in dem Verhältnis von 13,3:20 verdünnen müssen. Man bringt also $50 \times 13,3 = 665$ ccm von der Natronlauge in einen geachten Literkolben und füllt ihn bis zur Marke mit destilliertem Wasser. Durch

einen Kontrollversuch wird sich zeigen, ob die Lösungen zu einander stimmen. Ist dies der Fall, so stelle man in der angegebenen Weise noch eine Zehntelnormalsalzösung dar.

Will man Oxalsäure zur Titerstellung benutzen, so wägt man genau 63 g krystallisierte Oxalsäure, entsprechend $\frac{1}{2}$ Molekül $C_2H_2O_4 + 2H_2O$ ab, löst sie im Literkolben und verdünnt bis zur Marke; diese Lösung hat denselben massanalytischen Wert wie die Normalschwefelsäure. Eine jede von ihnen enthält in 1 Liter so viel Säure, als zur Neutralisierung von

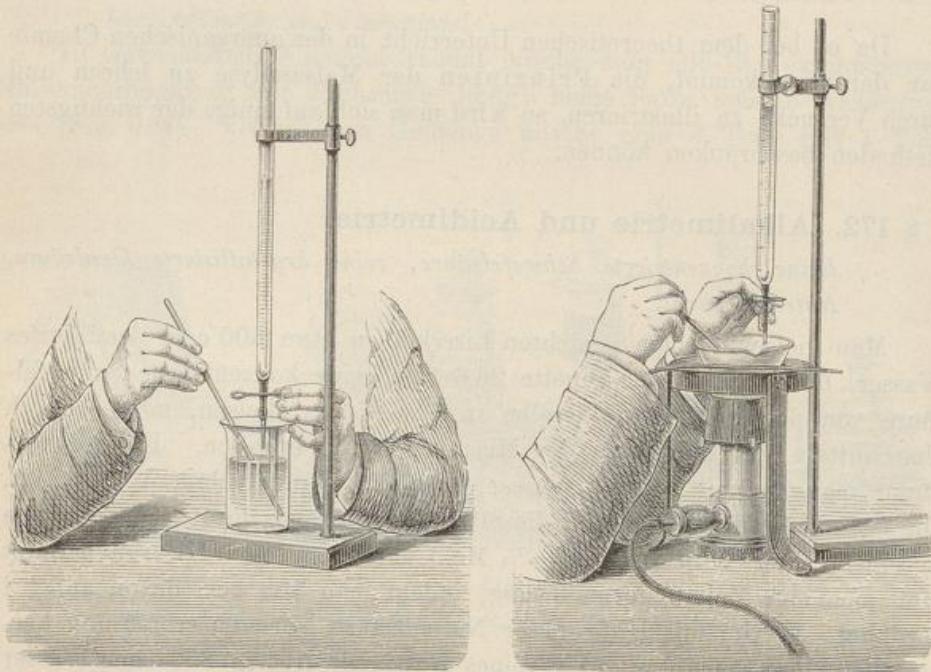


Fig. 757.

Titrieren.

Fig. 758.

$\frac{1}{2}K_2O$ oder $KaOH$ oder $\frac{1}{2}BaO$ etc. entspricht. Jeder Kubikcentimeter neutralisiert danach 0,047 g K_2O oder 0,056 g KOH oder 0,076 g BaO etc.

Um hiermit den Alkaligehalt einer Flüssigkeit zu messen, nimmt man von derselben mittels einer Vollpipette eine bestimmte Menge, z. B. 20 ccm heraus, läßt diese in ein Becherglas laufen, verdünnt mit einer entsprechenden Menge destillierten Wassers und färbt die Flüssigkeit mittels Zusatz einiger Tropfen Lackmustinktur deutlich blau. Dann füllt man eine 100 Kubikcentimeterbürette mit Normalschwefelsäure oder Oxalsäure und eine 50 Kubikcentimeterbürette mit Zehntelnormalschwefelsäure oder -oxalsäure, setzt das Becherglas unter die erste Bürette und

lässt durch Öffnung des Quetschhahns so lange Säure einlaufen, bis die um den einfließenden Strahl entstehende Rötung der Flüssigkeit nicht mehr so rasch verschwindet. Dieses deutet an, daß die Flüssigkeit dem Neutralisationspunkt nahe ist. Man schiebt das Glas unter die Bürette *b*, welche die Zehntelnormalsäure enthält, und titriert bis zur Übergangsfarbe. Nehmen wir an, daß die erste Bürette bis zum Teilstrich 64,2, die zweite bis zu 32,7 ausgelaufen ist, so hat man im ganzen, da die letztere Menge 3,27 ccm Normalsäure entspricht, $64,2 + 3,27 = 67,47$ Normalsäure verbraucht. Diese Zahl multipliziert man mit $0,047 = 3,17$ und erhält hierdurch die absolute Menge K_2O , welche in 20 ccm der Alkalilösung enthalten ist; durch Multiplikation mit 5 erhält man 15,85 als den Prozentgehalt der Lösung. Soll der Alkaligehalt einer festen Substanz bestimmt werden, so wägt man eine bestimmte Menge, z. B. 5 g davon ab, löst diese in Wasser und verfährt ebenso. Die Berechnung ist die gleiche.

Soll der Gehalt einer sauren Flüssigkeit bestimmt werden, so titriert man mit Normal- oder Zehntelnormalsalzlösung. Von dieser ist 1 ccm gleichwertig mit 0,040 g SO_3 oder 0,049 g H_2SO_4 oder 0,0365 g HCl oder 0,063 HNO_3 etc., und mit Hilfe dieser Zahlen berechnet man das Resultat wie oben.

Auch kohlensaure Alkalien lassen sich mit Normalsäure titrieren. Soll z. B. der Gehalt einer käuflichen Pottasche bestimmt werden, so wägt man 5 g davon ab, löst in Wasser, färbt mit Lackmus und titriert. Da hierbei Kohlensäure frei wird, und diese auf die Farbe des Lackmus störend einwirken würde, so benutzt man zum Titrieren kein Becherglas, sondern eine Porzellanschale. Die Lösung des Salzes wird erwärmt, um die Kohlensäure zu verjagen (Fig. 758). Gesetzt, man habe 68,6 ccm Normalsäure und 13,4 ccm $\frac{1}{10}$ -Säure, also im ganzen 69,94 ccm Normalsäure verbraucht, so ergibt sich, da $1\text{ l derselben} = \frac{1}{2}K_2CO_3 = 69\text{ g}$ ist, der Gehalt der angewandten 5 g roher Pottasche an reinem $K_2CO_3 = 0,069 \times 69,94 = 4,82\text{ g} = 96,40\text{ Prozent}$.

§ 173. Fällungsanalysen.

Reines Chlornatrium, Silbernitrat, Kaliumchromat.

Als Beispiel für die Fällungsanalysen mag die Bestimmung des Chlors mit Silberlösung oder umgekehrt des Silbers mittels Chlornatriumlösung dienen. Man bereitet Zehntelnormalsilberlösung durch Auflösen von 17,0 g krystallisierten Silbernitrats in Wasser und Verdünnung auf ein Liter. Hiermit stellt man eine Zehntel-Normalkochsalzlösung her, indem man 5,85 g Chlornatrium in 800 ccm Wasser löst und durch Titrieren das Verhältnis dieser Lösung zu jener feststellt, indem man

20 ccm Silberlösung so lange mit Kochsalzlösung versetzt, als noch ein Niederschlag entsteht. Man wird bei dem angenommenen Konzentrationsverhältnis der Lösung 13,7 ccm brauchen, daher muß dieselbe im Verhältnis von 13,7 : 20 verdünnt werden, d. h. man verdünnt 685 ccm auf 1000. Den Endpunkt der Reaktion erkennt man hier durch das Aufhören der Fällung, deshalb muß man gegen das Ende nach jedem neuen Zusatz warten, bis sich die oberen Partien der Lösung geklärt haben, um die Wirkung beobachten zu können. Weit sicherer ist es, wenn man als Indikator einige Tropfen Kaliumchromat zusetzt. Dieses giebt mit Silbernitratlösung einen blutroten Niederschlag. Man titriert so lange, bis die blutrote Färbung eben verschwunden ist.

Will man umgekehrt in einer Flüssigkeit das gebundene Chlor bestimmen, so setzt man ebenfalls einige Tropfen Kaliumdichromat hinzu, welche die Lösung schwach gelblich färben, und titriert mit Silberlösung so lange, bis ein Tropfen die blutrote Färbung des Silberchromats eben hervorbringt.

VIERTES KAPITEL.

Zersetzung von Salzen bis herab zum Metall.

§ 174. Reduktion von Metallsalzlösungen durch Metalle.

Kupfersulfat, Quecksilberchlorid, Silbernitrat; Zinnchlorür; Bleiacetat, Cadmiumsulfat. Mehrere Streifen blankes Zinkblech und Kupferblech, in Stücke zerschnittener blanker Eisendraht. Quecksilber. Mehrere Kelchgläser. Zwei weite Cylindergläser.

a) Fällung von Kupfer, Quecksilber und Silber. Die genannten Metallsalze werden in Wasser gelöst, und zwar wendet man von dem Kupfersulfat ziemlich konzentrierte, von den beiden anderen Salzen verdünnte Lösungen an. Man stellt nebeneinander auf: zwei Gläser mit Kupfersulfat (Fig. 759), zwei Gläser mit Quecksilberchlorid (Fig. 760) und zwei Gläser mit Silbernitrat (Fig. 761). Dann bringt man in die erste Kupferlösung ein Zinkblech, in die zweite blanken, zerschnittenen Eisendraht, in die erste Quecksilberlösung Zink-, in die zweite Kupferblech, in die erste Silberlösung Kupferblech und in die zweite metallisches Quecksilber. Die Reaktion beginnt sogleich und ist besonders auffallend