



**Die Schule der Chemie, oder erster Unterricht in der
Chemie**

Stöckhardt, Julius Adolph

Braunschweig, 1881

Analytischer Gang zur Auffindung der wichtigeren Basen uns Säuren

[urn:nbn:de:hbz:466:1-88906](#)

Analytischer Gang

zur Auffindung der wichtigeren Basen und Säuren.

Zusammengestellt von Dr. R. Ulbricht.

A. Vorprüfung.

Hat man eine Lösung vor sich, so prüft man deren Reaction und ob überhaupt beim Verdampfen ein Rückstand bleibt; in letzterem Falle benutzt man diesen zu den nachfolgenden Versuchen:

I. Erhitzen im Reagensgläschen.

1. Der Körper schmilzt ohne Wasserabgabe und verpufft mit einem Kohlestückchen: salpetersaure Salze.
2. Es entweicht Wasser: hygroskopisches, Decrepitations-, Hydrat- oder Krystallwasser; es zeigt saure (flüchtige Säuren) oder alkalische (NH_3) Reaction.
3. Es entweichen Gase oder Dämpfe:
 - a) rothe Dämpfe von NO_4 : salpetersaure Salze der Schwermetalle;
 - b) NH_3 (Lackmuspapier blauend): Ammoniumsalze.
4. Es bildet sich ein Sublimat:
 - a) rothbraune Tropfen: Schwefel, Schwefelmetalle;
 - b) weiss, mit Kali NH_3 gebend: Ammoniumsalze;
 - c) metallische Tröpfchen: Quecksilber;
 - d) schwarz, gerieben roth: Schwefelquecksilber;
 - e) weiss, krystallinisch (der Körper schmilzt vor dem Sublimiren): Quecksilberchlorid.

*) Wer sich eingehender mit qualitativer Analyse beschäftigen will. verweise ich auf: Fresenius, Anleitung zur qual. Analyse, Braunschweig, 1866, und Will: Anleitung zur qual. Analyse, Leipzig 1862.

- f) heiss gelb, kalt weiss, durch NH_3 schwarz werdend: Quecksilberchlorür;
- g) dunkler Metallspiegel: Arsen;
- h) weisse, glänzende Krystalle, mit Kohle gemischt Metallspiegel: arsenige Säure;
- i) heiss rothgelb, kalt gelb: Schwefelarsen.

5. Der K. verkohlt: organische Stoffe. Gleichzeitiges Auftreten von NH_3 : stickstoffhaltige Körper.

II. Erhitzen mit Soda vor dem Löthrohre (232).

1. Weisse leuchtende Masse: alkalische Erden und Zinkoxyd (Grünfärbung durch Kobaltlösung).
2. Vergleiche S. 810 und folg. die Rubrik „Löthrohr“ zu Zink, Silber, Blei, Kupfer, Wismuth, Cadmium, Gold, Platin, Zinn, Antimon und Arsen.

III. Verhalten zur Boraxperle vor dem Löthrohre; vergl. S. 809 und folg. die Rubrik „Löthrohr“ zu Chrom, Mangan, Kobalt, Eisen und Kupfer.

B. Auflösung.

I. Erhitzen des K. mit erst wenig, dann, wenn völlige Lösung nicht erfolgt, mit mehr Wasser:

1. Der K. löst sich vollständig: Untersuchung nach C (S. 830).
2. Es bleibt ein Rückstand: Untersuchung desselben nach II., des Filtrats nach C.

II. Erhitzen mit verdünnter oder concentrirter Salzsäure:

- a) Aufbrausen: CO_2 oder HS (S. 817 Nro. 10 und 11). — Um CO_2 neben HS nachzuweisen, leitet man das Gas in Kalkwasser; weisse Trübung: CO_2 ;
- b) Chlorentwickelung: Hyperoxyde.

1. Der K. löst sich völlig: Unters. nach C.

2. Es bleibt ein Rückstand (wenn gallertartig: SiO_2): Verdampfen zur Trockne, Aufnehmen mit HCl und Wasser, Filtern; Filtrat nach C. zu untersuchen, Rückstand auf Kiesel säure zu prüfen (S. 816 Nro. 6).

III. Erhitzen einer neuen Probe des K. (wenn in HO und HCl unlöslich) mit NO_5 (nöthigenfalls unter Wasserzusatz, Abgiessen des Gelösten und wiederholtem Behandeln mit NO_5):



1. Vollständige Lösung: Untersuchung nach C.
2. Es bleibt ein Rückstand: Filtrat nach C., Rückstand nach IV. zu untersuchen.

IV. Kochen mit HCl und Zusatz von Wasser:

1. Totale Lösung: Untersuchung nach C.
2. Es bleibt ein Rückstand: Verfahren nach V.

V. Man giesst die klare Flüssigkeit ab (aufzubewahren) und erhitzt das Ungelöste mit Königswasser:

1. Der K. löst sich vollständig: man vereinigt die Lösung mit der abgegossenen salzauren Flüssigkeit und verfährt nach C.
2. Es bleibt auch jetzt ein Rückstand (BaO, SO_3 — SrO, SO_3 — PbO, SO_3 — $PbCl$ — $AgCl$ — SiO_2 und Silicate, Schwefel und Kohle): man prüft wie folgt:

- a) Schwefel: s. Vorprüfung;
- b) Kohle: schwarz, auf Platinblech verbrennlich;
- c) mehrmaliges Behandeln mit essigsaurem Ammon; das Filtrat auf Blei, Schwefelsäure und Chlor zu prüfen (s. Reactionserscheinungen S. 813. 815. 816);
- d) das in essigsaurem Ammon unlösliche wird mit NH_3 behandelt; die Lösung gibt mit NO_5 einen weissen, käsignen Niederschlag: Chlorsilber;
- e) das in NH_3 unlösliche (wenn schwefelhaltig, im bedeckten Tiegel zu glühen) zur Hälfte mit der achtfachen Menge kohlensauren Natronkalis geschmolzen, Schmelze in heissem Wasser gelöst*) und filtrirt; Filtrat nach f., Ungelöstes nach g. zu untersuchen;
- f) Prüfung auf Kieselsäure nach Nro. 6 S. 816; das Filtrat davon auf Schwefelsäure und Thonerde;
- g) Lösen in HCl, Behandeln nach Nro. 6 S. 816, wobei abermals SiO_2 ungelöst bleiben kann, und Untersuchen des Filtrats nach C.;
- h) die zweite Hälfte von e. wird in der Platinschale mit Flussäure behandelt, letztere durch Erhitzen mit SO_3 verjagt, der Rückstand mit Wasser aufgenommen und mit Kalkmilch gekocht, das Filtrat durch kohlensaures Ammon heiss ausgefällt, filtrirt, Filtrat zur Trockne verdampft, gegläht und der Glührückstand nach C.; VII. auf KO und NaO geprüft.

*) Das Lösen in Wasser ist nur bei Gegenwart von BaO, SO_3 oder SrO, SO_3 erforderlich (Vorprüfung mit Soda auf Kohle oder durch Flammenprobe); im anderen Falle wird die Schmelze mit HCl und Wasser aufgenommen und nach g. untersucht.

G e f ä l l t		
A. Salzsäure	B. Schwefelwasserstoff aus saurer Lösung	C. Schwefelammonium nach vorherigem Zusatz von Ammoniak und Salmiak.
<p>als Chlormetalle: $\text{AgO}, \text{Hg}_2\text{O}$ u. PbO weiss</p> <p>AgCl; lös. in NH_3. Hg_2Cl; durch NH_3 schwarz werdend. PbCl; löslich in viel Wasser, daraus durch SO_3 fällbar.</p> <p>Vermuthet man Kieselsäure, so dampft man die mit HCl angesäuerte Lösung zur Trockne, nimmt mit HCl und Wasser auf, untersucht die Lösung nach B., das Ungelöste aber auf SiO_2 (Nro. 6 S. 816).</p>	<p>als Schwefelmetalle: HgO; unlöslich in kochender NO_5. PbO; löslich in heißer verdünnter NO_5, fällbar durch SO_3. BiO_3; löslich in NO_5, fällbar durch viel Wasser. CuO; löslich in NO_5, Lösung durch NH_3 blau werdend. braun bis schwarz. CdO; hochgelb. unlöslich in Schwefelammonium.</p> <p>$\text{AuO}_3, \text{PtO}_2$ und SnO; schwarzbraun, löslich in Königswasser. Lösung nach Nr. 7, 8 u. 9 S. 814 zu prüfen. SnO_2; gelb, unlöslich in kohlensaurem Ammon. AsO_3; gelb, leicht löslich in kohlensaurem Ammon. SbO_3; orange. löslich in Schwefelammonium.</p>	<p>als Salze (weiss), in Kali unlöslich: MgO (und PO_5); kristallinisch. BaO bei Gegenwart von SrO $\text{P O}_5, \text{B O}_3$ und CaO Oxalsäure.</p> <p>Lösen in HCl und Theilen in drei Portionen. Port. 1. Trübung durch Strontianwasser: BaO. Port. 2. Concentrieren u. Prüfen mittelst Flammenprobe (S. 823) auf SrO. Port. 3. Ausfällen mit SO_3 u. Uebersättigen des mit Oxalsäure versetzten Filtrats mit NH_3; weisser Niederschlag: CaO. als Oxyde (in Kali löslich): Al_2O_3; weiss. Cr_2O_3; grün. als Schwefelmetalle: schwarz, in kalter NiO HCl unlösl., lös. in CoO Königswasser (Nr. 3 u. 4. S. 811). FeO; schwarz, löslich in HCl. MnO; fleischroth, löslich in A. ZnO; weiss, unlösl. in A.</p>

werden durch		
D. Kohlensaurer Ammoniak	E. Phosphorsaures Natron und Ammoniak (die eine Hälfte des Filtrats von D. zu verwenden)	Nicht gefällt werden durch A bis E
als kohlensaure Salze: BaO, SrO und CaO weiss. Lösen in HCl; Theilen in 3 Port. Port. 1. Trübung durch Strontianwasser: BaO. Port. 2. Flammenprobe: SrO. Port. 3. Ausfällen mit SO ₃ und Prüfen mit Oxalsäure und NH ₃ : CaO.	als phosphorsaure Ammoniak-Magnesia: MgO; weiss, krystallinisch.	KO, NaO, NH ₃ . Die zweite Hälfte des Filtrats von D. wird im PlatinSchälchen zur Trockne verdampft, ge-glüht, mit Wasser aufgenommen, mit Kalkmilch gekocht, filtrirt, Filtrat mit kohlens. Ammon heiss gefällt, Filtrat zur Trockne verdampft, ge-glüht, in wenig Wasser gelöst und filtrirt: nach Nro. 1 und 2 S. 807. 808. auf KO u. NaO zu unters. Ursprüngl. Lösung nach Nro. 3 S. 808 auf NH ₃ zu prüfen.
Gefällt werden durch		
A. Chlorbarium aus neutraler oder alkalischer Lösung	B. Salpetersaures Silberoxyd aus saurer Lösung	Nicht gefällt werden durch A. und B.
a. unl. in HCl od. NO ₅ : SO ₃ . b. lös. in HCl od. NO ₅ : PO ₅ ; Prüfen mit molybdänsaurem Ammon. BO ₃ ; Prüfen nach Nr. 5 S. 816. CO ₂ ; unter Aufbrausen in Säure löslich. Oxalsäure; Verhalten auf Platinblech (Nr. 13 S. 818). Weinsäure; Verhalten auf Platinblech (Nr. 14 S. 818). weiss.	HCl; weiss, in NH ₃ löslich. HJ; gelblich, in NH ₃ unlöslich. — Prüfung mit Stärkekleister und Chlorwasser (Nro. 9 S. 817). HBr; gelbl., in NH ₃ unlöslich. — Keine Blaufärbung durch Stärkekleister u. Chlorwasser. HS; schwarz.	NO ₅ ; s. Nr. 12. S. 817. ClO ₅ ; s. Nro. 8. S. 816. Essigsäure; s. Nr. 15. S. 818.

C. Eigentliche Prüfung.

Hierzu sei zunächst Folgendes bemerkt:

1. Die Lösung des K. wird in 2 Portionen getheilt, die eine für Basen, die andere für Säuren. — Man gewöhne sich, nie die ganze Flüssigkeit auf einmal in Arbeit zu nehmen. Zu einer kleinen Probe setzt man das erste und, tritt keine Reaction ein, das zweite u. s. w. Reagens; erst wenn ein solches eine Fällung veranlasst, behandelt man die ganze Portion mit so viel davon, dass ein abfiltrirtes Pröbchen auf weiteren Zusatz klar bleibt.
2. Entstandene Niederschläge sind durch Filtration vom Flüssigen zu trennen; das Filter muss kreisrund und darf nie grösser als der Trichter sein, es muss den Trichterwänden eng und ohne Falten anliegen; man schneide dasselbe weder zu gross noch zu klein. — Sollen Niederschläge weiter untersucht werden, so sind sie vorher auf dem Filter auszuwaschen; das Waschwasser wird weggegossen.
3. Das Vorhandensein eines Stoffes schliesst häufig das eines anderen aus: neutrale oder alkalische Lösungen und Fe_2O_3 ; saure Lösungen und CO_2 oder HS; salzaure Lösung und AgO oder Hg_2O ; BaO oder SrO und SO_3 u. s. w.

Die Löslichkeitsverhältnisse vieler Metalloxyde ändern sich bei gleichzeitiger Anwesenheit von organischen Stoffen: Nicht flüchtige organische Säuren, Zucker und dergleichen und Fe_2O_3 , Al_2O_3 u. s. w.

4. Hat man einfache Verbindungen (nur eine Base und Säure) vor sich, so untersucht man nach der Tabelle auf S. 828. 829, andererseits nach folgendem Gange.

Gang für zusammengesetzte Körper.

Auffindung der Basen.

- I. Zusatz von Salzsäure, nöthigenfalls bis zur sauren Reaction; stark saure Lösungen sind mit Wasser zu verdünnen:
 1. Flüssigkeit bleibt klar: man geht zu II. über.
 2. In HCl unlöslicher Niederschlag ohne Entwicklung von HS: Filtrat nach II. untersuchen. — Der Niederschlag ist mit viel Wasser zu behandeln:

- a) Lösung auf Blei zu prüfen (S. 813);
 - b) das Ungleoste wird durch NH_3 schwarz: Quecksilberoxydul;
 - c) das Ungleoste löst sich in NH_3 ganz oder theilweise; die Lösung wird durch NO_5 weiss und käsig gefällt: Silber.
3. Entwickelung von HS und milchige Trübung: lösliche Schwefelmetalle. — Die Flüssigkeit nach V. weiter zu untersuchen.
4. Entwickelung von HS und gefärbter Niederschlag: Sulfosalze (525) von Au, Pt, Sn, Sb und As. — Niederschlag nach IV., Filtrat nach V. zu untersuchen.
- II. Man versetzt mit Schwefelwasserstoffwasser oder leitet HS durch die erwärme Flüssigkeit*):
1. Sie bleibt unverändert oder wird nur milchig getrübt: man geht zu V. über.
 2. Gefärbte Ausscheidung: Filtrat nach V., Niederschlag nach III. zu untersuchen.
- III. Der Niederschlag wird in gelinder Wärme mit gelbem Schwefelammonium behandelt; er löst sich darin gänzlich (nach IV. zu untersuchen), nur theilweise oder bleibt ungelöst. In letzteren beiden Fällen wird filtrirt, das Filtrat (wenn es durch verdünnte SO_3 nicht rein weiss**) und milchig geträubt wird) nach IV. untersucht, der Filterinhalt aber mit NO_5 gekocht:
1. Es erfolgt totale Lösung; Zusatz von viel verdünnter SO_3 , Concentriren, Verdünnen mit Wasser und Filtriren:
 - a) weisser, in essigsaurem Ammon löslicher Rückstand: Blei.
 - b) Filtrat von a. durch NH_3 weiss gefällt: Wismuth.
 - c) Filtrat von b. (blaue Färbung: Kupfer) mit HCl angesäuert und mit HS ausgefällt. Niederschlag mit verdünnter SO_3 gekocht:
 - α . Schwarzer, unlöslicher Rückstand: Kupfer.
 - β . Lösung durch HS gelb gefällt: Cadmium.
 2. Es hinterbleibt ein Rückstand (die Lösung wird nach 1. untersucht):
 - a) schwarz, in essigsaurem Ammon unlöslich: Quecksilber;
 - b) weiss, darin löslich, durch HS fällbar: Blei.
- IV. Das NH_3 , HS — halte Filtrat wird mit verdünnter SO_3 angesäuert, der abfiltrirte Niederschlag ***) mit kohlensaurem Ammon behandelt und filtrirt:

*) Ist die Anwesenheit von SiO_2 zu vermuten, so verdampft man vorher zur Trockne und löst den Rückstand in HCl und Wasser; SiO_2 bleibt ungelöst. — **) Es kann geringe Mengen Cu als CuS enthalten. — ***) Aus seiner Farbe kann man einigermaassen auf seine Zusammensetzung schliessen; s. S. 812.

1. Filtrat mit HCl anzusäuren und etwaiger Niederschlag mit Soda auf Kohle auf Zinn und Arsen zu prüfen (S. 814. 815. Nro. 9 und 11).

2. Das Ungelöste wird mit Königswasser erhitzt, die Lösung stark concentrirt, mit Wasser verdünnt und im Marsh'schen Apparate auf Antimon geprüft (534). Den Inhalt des Apparates lässt man mit überschüssigem Zink in der Wärme stehen, filtrirt und behandelt den Filterinhalt mit heissem HCl; die Lösung enthält das Zinn als Oxydul (S. 814 Nro. 9). Das in HCl unlösliche wird mit Königswasser erwärmt, wodurch Gold und Platin in Lösung gehen; Verdampfen zur Trockne, Lösen in Wasser und Prüfen nach S. 814 Nro. 7 und 8.

V. Zusatz von Salmiak, Uebersättigen mit NH₃ und Ausfällen mit Schwefelammonium:

1. Flüssigkeit bleibt klar: Untersuchung nach VI.

2. Es entsteht ein Niederschlag. Das Filtrat wird nach VI. untersucht, der Filterinhalt aber mit verdünnter HCl übergossen:

a) es hinterbleibt kein schwarzer Rückstand: Lösung nach 3. zu untersuchen;

b) es hinterbleibt ein solcher: Filter sammt Inhalt wird eingäschtet, Asche in wenig HCl und NO₅ gelöst, fast zur Trockne verdampft und mit salpetrigsaurem Kali (S. 811) auf Kobalt geprüft. Nach eintägigem Stehen filtrirt man ab und prüft das Filtrat mit Kali auf Nickel (S. 811).

3. Lösung von 2. a. oder Filtrat von 2. b. mit NO₅ zu kochen und ein Pröbchen mit verdünnter SO₃ zu prüfen:

a) weißer Niederschlag. Man fällt die ganze erwärmte Flüssigkeit mit verdünnter SO₃ in geringem Ueberschusse aus, filtrirt und untersucht das Filtrat nach b. Den Niederschlag schliesst man mit kohlensaurem Natronkali auf, löst in Wasser, filtrirt, behandelt das Ungelöste mit verdünnter HCl und prüft nach VI. auf BaO, SrO und CaO;

b) keine Fällung. Man prüft ein Pröbchen mit Schwefelyankalium auf Eisen (— Oxyd), versetzt dieselbe, wenn nötig, mit Eisenchlorid, bis ein Tropfen mit NH₃ einen hellbraunen Niederschlag giebt, und fällt mit einem gerinzen Ueberschusse von BaCl etwaige SO₃ aus; das Filtrat mit BaO, CO₂ behandelt. Nachdem die überstehende Flüssigkeit farblos geworden ist, wird der nach 4. zu behandelnde Niederschlag abfiltrirt, das Filtrat aber nach 5. untersucht.

4. Andauerndes Kochen mit Kali, Filtriren, Ansäuern des Filtrats mit HCl und Prüfen auf Thonerde. In Kali unlösliches nach S. 811 Nro. 2 mittelst Soda auf Chrom zu prüfen; die Schmelze kann auch Kalkerde enthalten.

5. Ansäuern mit HCl, Kochen, Ausfällen mit verdünnter SO₃, Filtriren, Uebersättigen mit NH₃ und Prüfen mit NH₃, HS:
- keine Fällung. Man prüft mit oxalsaurem Ammon auf Kalkerde, das Filtrat davon mit phosphorsaurem Natron auf Magnesia;
 - Niederschlag. Filtrat davon nach a. zu untersuchen, Niederschlag in HCl zu lösen, Lösung zu kochen und mit Kali zu übersättigen:
 - weisser braunwerdender Niederschlag: Mangan.
 - Filtrat davon mit HS weissen Niederschlag: Zink.

VI. Zusatz von kohlensaurem Ammon und Erhitzen:

- Flüssigkeit bleibt klar. Man geht zu VII. über;
- weisser Niederschlag. Filtrat nach VII. zu untersuchen. Niederschlag in HCl zu lösen, Lösung in drei Portionen zu theilen.

Port. 1. Prüfung mit Strontianwasser auf Baryt.
 „ 2. Abdampfen zur Trockne, Lösen in absolutem Alkohol, abermaliges Verdampfen und Flammenprobe auf Strontian (S. 823).
 „ 3. Ausfällen mit verdünnter SO₃, Uebersättigen mit NH₃ und Prüfung mit oxalsaurem Ammon auf Kalkerde.

VII. Eine Hälfte wird mit phosphorsaurem Natron auf Magnesia geprüft, die andere, zuletzt im Platintiegel, zur Trockne verdampft, der Rückstand gegläüt, in wenig Wasser gelöst, die Lösung mit Kalkmilch gekocht, das Filtrat mit kohlensaurem Ammon heiss gefällt, Filtrat zur Trockne verdampft, gegläüt, in wenig Wasser gelöst und filtrirt:

- ein Tropfen auf Platindraht mittelst Flammenprobe auf Kali und Natron zu prüfen;
- Rest mit Alkohol zu mischen und mit Weinsäure oder Platinlösung auf Kali zu prüfen (S. 807 Nro. 1).

VIII. Ein Theilchen der ursprünglichen Lösung nach Nro. 3 S. 809 mit Kali auf Ammoniak zu prüfen.

Auffindung der Säuren.

Salpetersäure wurde schon bei der Vorprüfung (vergl. auch Nr. 12 S. 817), Kohlensäure, Schwefelwasserstoff und Kieselsäure bei der Auflösung (S. 826), Chromsäure, arsenige Säure, Arsen- und Antimonsäure bei der Prüfung auf Basen gefunden.

I. Die Lösung des ursprünglichen Körpers wird, wenn nothwendig, mit NO_5 angesäuert, gekocht und geprüft:

- Port. 1. mit salpetersaurem Baryt; weisser Niederschlag: Schwefelsäure.
- " 2. Mit Silberlösung; weisser, in NH_3 löslicher, daraus durch NO_5 wieder weiss fällbarer Niederschlag: Chlor. Ein gelblicher, in NH_3 unlöslicher Niederschlag: Jod.
- " 3. Mit Stärkekleister und Chlorwasser; Blaufärbung: Jod.

Unlösliche Verbindungen sind durch NO_5 oder Aufschliessen mit kohlensaurem Natronkali und Aufnehmen der Schmelze mit Wasser in Lösung zu bringen.

II. Die Lösung des Körpers wird, wenn nöthig, mit NO_5 angesäuert und mit viel molybdänsaurem Ammon erhitzt; gelber Niederschlag: Phosphorsäure. — Arsensäure giebt eine ähnliche Fällung, muss deshalb vorher durch HS entfernt werden.

III. Auf Borsäure prüft man nach einer der unter Nro. 5 S. 816 angegebenen Methoden; gleichzeitig vorhandenes Fe_2O_3 ist vorher zu entfernen.

IV. Oxalsäure: neutrale oder alkalische Lösungen säuert man mit Essigsäure stark an und prüft mit Gypslösung. Saure Lösungen werden, wenn nöthig, mit HS gefällt, das Filtrat gekocht, mit CaCl im Ueberschusse versetzt und mit NH_3 übersättigt. Der Niederschlag wird andauernd mit kohlensaurem Natron gekocht, filtrirt, Filtrat mit Essigsäure angesäuert und mit Gypslösung geprüft.

V. Auf Essigsäure prüft man nach Nro. 15 S. 818.

Anmerkung. In obigem Gange ist auf die ursprüngliche Verbindungsform eines K keine Rücksicht genommen. Ob z. B. das Eisen als FeO oder Fe_2O_3 , die Schwefelsäure als solche oder ihr Schwefel in Verbindung mit Metallen vorhanden war, darüber hat man sich durch besondere Prüfungen am ursprünglichen K Gewissheit zu verschaffen.