



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie

Qualitative Analyse

Treadwell, Frederick P.

Leipzig [u.a.], 1948

Trennung der Metalle von Gruppe V

[urn:nbn:de:hbz:466:1-94840](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:hbz:466:1-94840)

Reaktionen auf trockenem Wege.

Alle Magnesiumverbindungen werden beim Glühen an der Luft mehr oder weniger verändert, unter Hinterlassung von Oxyd oder von basischem, unlöslichem Salz. Versetzt man aber irgend eine Magnesiumverbindung mit Soda und erhitzt vor dem Lötrohr auf der Kohle, so bleibt weißes, stark leuchtendes Magnesiumoxyd zurück. Dasselbe Verhalten zeigen Calcium-, Strontium- und Aluminiumverbindungen. ✓

Die Magnesiumsalze sind nicht flüchtig, sie färben daher die Flamme nicht und geben kein Flammenspektrum, wohl aber ein charakteristisches Funkenspektrum.

Nachweis der Alkalien neben Magnesium und Trennung von letzterem.

Es seien diese Metalle in Form ihrer Chloride vorhanden.

Man prüft zunächst einen kleinen Teil der Substanz auf Ammonium, durch Erhitzen mit Natronlauge. Der Rest der Substanz wird zur Prüfung auf Magnesium, Kalium und Natrium verwendet. Man teilt ihn in zwei Teile und prüft den einen Teil auf Magnesium, den anderen auf Kalium und Natrium.

Zur Prüfung auf Magnesium löst man die Substanz in möglichst wenig Wasser, oder wenn eine Lösung vorlag, so verdampft man zur Trockene und löst dann in wenig Wasser, fügt, falls die Prüfung auf Ammoniumverbindungen negativ ausfiel, etwas Chlorammonium hinzu und hierauf Ammoniak. Entsteht jetzt schon eine Fällung, so muß noch mehr Chlorammonium hinzugesetzt werden, bis sich der entstandene Niederschlag von $Mg(OH)_2$ wieder löst. Nun setzt man Natriumphosphatlösung hinzu und reibt die Gefäßwände mit einem Glasstabe. Bei Anwesenheit von Magnesiummengen bis zu einigen Zehntel Milligramm pro 100 ccm Lösung, wird nach 2—3 Minuten sicher eine Fällung von kristallinischem Magnesiumammoniumphosphat entstehen. Entsteht aber keine Fällung, so stelle man das Glas beiseite und beobachte nach zwölfstündigem Stehen, ob sich nicht am Boden und an der Gefäßwandung kleine Kristalle abgesetzt haben, am besten zu sehen nach Ausgießen der Flüssigkeit. Entstehen Kristalle, so sind Spuren von Magnesium vorhanden.¹⁾

Prüfung auf Kalium und Natrium.

Zunächst muß die Lösung von Magnesium befreit werden, und da meistens Ammonsalze zugegen sind, so verdampft man zur

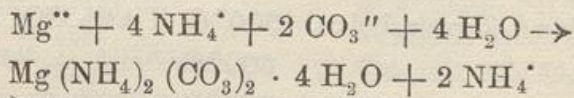
¹⁾ Für eine weitere Trennung vgl. Z. f. angew. Ch. 1915 (Ref.), S. 589.

Trockene und verjagt die Ammonsalze durch gelindes Glühen (die Schale darf nicht rotglühend werden), um keinen Verlust an Alkalien zu erleiden. Der Glührückstand wird mit wenig Wasser versetzt (es ist nicht nötig, daß hierbei eine klare Lösung entstehe; bei Anwesenheit von Magnesium bleibt meistens basisches Magnesiumsalz ungelöst) und Barytwasser bis zur stark alkalischen Reaktion hinzugefügt; dann kocht man und filtriert das entstandene Magnesiumhydroxyd ab. Diese Operation muß in einer Platin- oder guten Porzellanschale, nie im Glasgefäß vorgenommen werden, weil leicht Alkali vom Glas aufgenommen wird. Das Filtrat, das nun frei von Magnesium ist, säuert man sorgfältig mit Salzsäure an, befreit von überschüssigem Baryt durch Fällen mit Ammonkarbonat und Ammoniak bei Siedetemperatur, filtriert das kristallinisch gewordene Bariumkarbonat, verdampft das Filtrat zur Trockene, verjagt die Ammonsalze, löst den Rückstand in möglichst wenig Wasser und überzeugt sich, durch einen abermaligen Zusatz von einigen Tropfen Ammonkarbonat und Ammoniak, ob die Fällung der Bariumsalze vollständig war, filtriert, verjagt von neuem die Ammonsalze, löst in möglichst wenig Wasser, filtriert von ausgeschiedener Kohle (herrührend von einem geringen Gehalt des Ammoniaks an Pyridinbasen, die beim Glühen verkohlen) ab und prüft einen kleinen Teil der Lösung auf einem Uhrglas mittels Platinichlorwasserstoffsäure auf Kalium: ein gelber, kristallinischer Niederschlag zeigt Kalium an. Den größeren Teil der Lösung benützt man zur Prüfung auf Natrium mittels der Flammenreaktion und des Kaliumpyrostibiat: Ein weißer kristallinischer Niederschlag zeigt Natrium an (vgl. S. 64).

Die Schaffgottsche Methode¹⁾

modifiziert von F. A. Gooch und E. A. Eddy²⁾.

Die Methode beruht darauf, daß Magnesiumsalze durch eine konzentrierte ammoniakalische Ammonkarbonatlösung und Alkohol quantitativ als Magnesiumammoniumkarbonat gefällt werden:



Reagens. 180 ccm konzentriertes Ammoniak + 800 ccm Wasser + 900 ccm absoluten Alkohol sättigt man mit Ammonkarbonat.

Ausführung der Trennung. Man versetzt die möglichst konzentrierte, ammonsalzfreie Lösung mit dem gleichen Volumen ab-

¹⁾ Ann. Phys 194 (1858), S. 482.

²⁾ Zeitschr. f. anorg. Ch. (1908), S. 427.

soluten Alkohols und hierauf mit dem gleichen Volumen der alkoholischen Schaffgottischen Lösung, läßt 2—3 Stunden stehen und filtriert. Das Filtrat wird zur Trockene verdampft, die Ammonsalze durch schwaches Glühen vertrieben und der Rückstand wie oben angegeben, auf Kalium und Natrium geprüft.

IV. Gruppe, oder Gruppe alkalischer Erden.

Calcium, — Strontium, — Barium.

Allgemeine charakteristische Eigenschaften.

Die alkalischen Erden bilden Oxyde von der Form RO ; sie nehmen aber noch weiter Sauerstoff auf bis zur Bildung von Superoxyden von der Form RO_2 , aus welchen Wasserstoffsuperoxyd durch Säuren freigesetzt wird



Das Wasser wird von den alkalischen Erden schon bei gewöhnlicher Temperatur energisch zersetzt; es handelt sich also um sehr unedle Metalle. Die Ionen der Erdalkalien besitzen die Elektronenanordnung von Edelgasen und bilden dementsprechend keine komplexen Salze (vgl. S. 27). Ihre Affinität zum Sauerstoff nimmt vom Calcium zum Barium erheblich zu. Im selben Sinne steigt auch die Hitzebeständigkeit der Karbonate und Hydroxyde. Die Löslichkeit der Hydroxyde sehen wir vom Calcium zum Barium beträchtlich ansteigen, im selben Sinne wie das Atomvolumen. Über diese Eigenschaft und die Löslichkeit von einigen der wichtigsten Fällungen der Erdalkalien orientieren die folgenden beiden Tabellen.

Hitzebeständigkeit der Karbonate und Hydroxyde.

	Beginn d. Zersetz. bei ca.	300° C, 1 Atm. CO_2	bei ca.	450° C
$MgCO_3$				
$CaCO_3$	" " " "	600° C,	" " " "	900° C
$SrCO_3$	" " " "	900° C,	" " " "	1150° C
$BaCO_3$	" " " "	1050° C,	" " " "	1350° C
$Mg(OH)_2$	" " " "	50° C,	" " " "	200° C
$Ca(OH)_2$	" " " "	350° C,	" " " "	550° C
$Sr(OH)_2$	" " " "	450° C,	" " " "	800° C
$Ba(OH)_2$	" " " "	650° C,	" " " "	1000° C