



Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie

Qualitative Analyse

Treadwell, Frederick P.

Leipzig [u.a.], 1948

Trennung von Eisen, Aluminium, Chrom und Uran (Tab.)

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

Tabelle I. Trennung von Eisen, Aluminium, Chrom und Uran.

Es sei eine Lösung der Chloride vorhanden. Man versetzt die Lösung in einer Porzellanschale mit Natron- oder Kalilauge bis zur stark alkalischen Reaktion, erhitzt zum Kochen, verdünnt mit heissem Wasser, setzt das Kochen 2—3 Minuten fort und filtriert heiss:

Niederschlag.

Der Niederschlag enthält: $\text{Fe}(\text{OH})_3$ — $\text{Cr}(\text{OH})_3$ — $\text{Na}_2\text{U}_2\text{O}_7$.
Man wäscht viermal mit heissem Wasser und löst dann in möglichst wenig Salzsäure, versetzt mit überschüssigem Ammonkarbonat, erwärmt bis zum beginnenden Sieden und filtriert.

Niederschlag.

Der Niederschlag enthält nun $\text{Fe}(\text{OH})_3$ und $\text{Cr}(\text{OH})_3$.

Prüfung auf Eisen: Man löst eine kleine Probe des Niederschlages in einigen Tropfen Salzsäure, verdünnt mit Wasser und fügt einen Tropfen Ferrocyankalium hinzu; eine dunkelblaue Fällung von Berlinerblau zeigt die Anwesenheit des Eisens an.

Prüfung auf Chrom: Man mischt eine zweite Probe des Niederschlages mit etwas Soda und Salpeter, bringt den Brei in eine Platinspirale und schmilzt in dem oberen Oxydationsraum der nicht leuchtenden Gasflamme. Nach dem Erkalten zerdrückt man die Schmelze auf einem Porzellanteller mit einem Glasstab, löst in Wasser, säuert mit Essigsäure an und fügt einen Tropfen Silbernitrat hinzu; eine rote Fällung von Silberchromat zeigt die Anwesenheit des Chroms an.

Lösung.

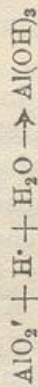
Die Lösung enthält:

$[\text{UO}_2(\text{CO}_3)_2] (\text{NH}_4)_4$
Man säuert mit Salzsäure an und fügt Ferrocyankalium hinzu; eine braune Fällung oder Färbung zeigt Uran an.

Lösung.

Die Lösung enthält AlO_2Na .

Man versetzt tropfenweise mit Salzsäure, wobei die Lösung, sobald genug Salzsäure hinzugefügt worden ist, sich trübt, indem Aluminiumhydroxyd gefällt wird.



Man fährt fort mit dem Zusatz der Salzsäure, bis der Niederschlag sich löst. Zu der klar gewordenen Lösung setzt man Ammoniak, kocht und filtriert das nun gefällte Aluminiumhydroxyd (weiße, gallertartige Fällung) ab, wäscht gehörig aus und erhitzt eine kleine Probe mit Kobaltnitrat wie auf S. 121 angegeben. Thénardsblau zeigt die Gegenwart von Aluminium an.

Die so erhaltene körnige Metatitansäure läßt sich leicht filtrieren, solange die Lösung etwas freie Säure enthält. Beim Auswaschen mit reinem Wasser erhält man stets ein trübes Filtrat, daher muß dem Waschwasser immer etwas verdünnte Schwefelsäure hinzugefügt werden.

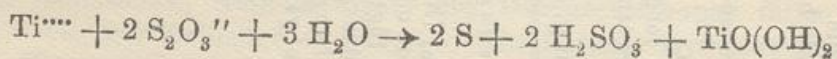
Bei der Abscheidung der Titansäure in der soeben geschilderten Weise beobachtet man am Boden des Gefäßes schillernde Farben, die sehr charakteristisch für Titansäure sind.

Anwesenheit von Weinsäure, Zitronensäure und anderen organischen Oxyverbindungen verhindert die oben erwähnten Reaktionen. Man muß in diesem Falle die organische Substanz entweder durch Glühen oder durch Oxydation mit Kaliumpermanganat (siehe S. 118 und 166) zerstören, das Titandioxyd in Schwefelsäure lösen und dann nach einer der obigen Methoden abscheiden.

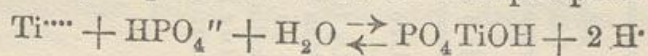
4. Ferrocyankalium erzeugt aus schwach sauren Lösungen eine braune Fällung.

5. Tannin erzeugt eine voluminöse, bräunliche Fällung, die bald orangefarben wird.

6. Natriumthiosulfat fällt in der Hitze alles Titan als körnige Metatitansäure:



7. Natriumphosphat fällt basisches Titanphosphat:



löslich in Mineralsäuren, unlöslich in Essigsäure.

8. Wasserstoffperoxyd. Versetzt man eine neutrale oder schwachsaure Lösung von Titansulfat mit Wasserstoffperoxyd, so färbt sie sich orangerot, und im Falle nur wenig Titan anwesend ist, hellgelb. Diese Reaktion, die auf der Bildung von TiO_3 beruht, ist sehr empfindlich und eignet sich vortrefflich, um Spuren von Titan in Gesteinen nachzuweisen.¹⁾ Vanadinsäure verhält sich Wasserstoffperoxyd gegenüber ähnlich wie Titandioxyd.

Versetzt man eine Titansulfatlösung mit einem großen Überschuß von Wasserstoffperoxyd und versetzt mit Kalilauge, so entsteht eine Fällung, die sich in einem großen Überschuß von Kalilauge mit gelblicher Farbe löst. Die so erhaltene Lösung bleibt längere Zeit klar, aber nach und nach scheidet sich ein lebhaft gelb gefärbter Niederschlag von der Zusammensetzung $\text{Ti}(\text{OH})_6$ ab.²⁾

¹⁾ Nach Al. Lehner lassen sich noch $\frac{2}{1000}$ mg TiO_2 mit Wasserstoffperoxyd nachweisen.

²⁾ A. Classen, B. 21 (1888), S. 371.

Schmelzt man nach J. H. Walton jr.¹⁾ eine Titanverbindung im Nickeltiegel mit Natriumperoxyd (Na_2O_2), so geht beim Behandeln der Schmelze mit Wasser Titan in Lösung. Säuert man diese Lösung stark mit Schwefelsäure an, so tritt die orangerote Farbe der Pertitansäure deutlich auf. War gleichzeitig Eisen in der Substanz, so bleibt dieses beim Behandeln der Schmelze mit Wasser im Rückstand, während das Titan in Lösung geht.

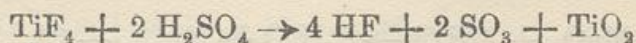
9. Unedle Metalle (Zn, Cd, Sn) erzeugen in mineralsaurer Lösung eine violette Farbe, herrührend von dreiwertigem Titan, z. B.:



Durch Schwefelwasserstoff oder schweflige Säure werden die vierwertigen Titanverbindungen nicht reduziert, wohl aber teilweise durch Hydrosulfit.

10. Natriumhydrosulfit. In schwachsaurer Lösung erzeugt $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ eine rotviolette Färbung, die nach O. Brunck nahezu so empfindlich ist, wie die Reaktion mit Wasserstoffsuperoxyd.

11. Das Fluorid wird durch Eindampfen mit Schwefelsäure und Glühen quantitativ in Dioxyd verwandelt (Unterschied von Kieselsäure):



Reaktionen auf trockenem Wege.

Titanverbindungen färben die Borax- oder Phosphorsalzperle in der Oxydationsflamme nicht; nach längerem Erhitzen in der Reduktionsflamme erscheint die noch heiße Perle gelb und wird beim Erkalten violett. Durch Zusatz von etwas Zinn tritt die violette Färbung rascher auf. Zusatz von Eisen erzeugt eine braune bis rote Perle.

Durch Schmelzen der Titansäure mit Natriumkarbonat erhält man Natriummetatitanat, das in kaltem Wasser nicht löslich ist, dagegen leicht in Säuren. Durch heißes Wasser wird das Natriumsalz zersetzt, unter Abspaltung von Metatitansäure, die in verdünnten Säuren sehr schwer löslich ist.

Mangan Mn. At.-Gew. = 54.93.

Ordnungszahl 25; Dichte 7.3; Atomvolumen 7.5; Schmelzpunkt 1250°C ; Wertigkeit 2, 3, 4, 6 und 7; $E_h \text{ Mn/Mn}^{++} = 1.0$.

Vorkommen. Die wichtigsten Manganminerale sind:

¹⁾ Ch. Ztg. Rep. 1907, S. 329.