



Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie

Qualitative Analyse

Treadwell, Frederick P.

Leipzig [u.a.], 1948

Trennung von Sulfosäuren von den Sulfobasen und voneinander (Tab.)

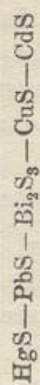
[urn:nbn:de:hbz:466:1-94840](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:hbz:466:1-94840)

Tabelle VI.

Trennung der Sulfosäuren von den Sulfobasen und voneinander.

Es seien sämtliche Metalle der Schwefelwasserstoffgruppe als frisch gefällte Sulfide vorhanden. Man bringt den gewaschenen Niederschlag in eine Porzellanschale, übergießt mit gelbem¹⁾ Schwefelammonium, erwärmt gelinde während kurzer Zeit unter beständigem Umrühren und filtriert:

Rückstand kann enthalten:



Die Verarbeitung dieses Rückstandes geschieht nach Tabelle V, S. 224.

Lösung As_2S_3 , Sb_2S_3 , SnS_2

Man verdünnt die Lösung stark mit Wasser und fügt Salzsäure bis zur sauren Reaktion hinzu (Prüfen mit Lackmuspapier), kocht, läßt die ausgefallenen Sulfide sich absetzen, gießt die überstehende Flüssigkeit ab, filtriert und wäscht den Rückstand.

Zur Trennung von Arsen-, Antimon- und Zinnsulfid wendet man eine der nachstehenden Methoden an.

1. Man kocht den Rückstand, bestehend aus den drei Sulfiden, welche immer stark mit Schwefel verunreinigt sind, mit starker Salzsäure (1:1) bis zum Aufhören der Schwefelwasserstoffentwicklung (Prüfen mit Bleipapier) und filtriert.

Rückstand

bestehend aus As_2S_3 + S, behandelt man mit rauch. Salpetersäure in einem bedeckten Becherglas, kocht bis alles gelöst ist und keine braunen Dämpfe mehr entweichen, verdampft dann auf ein kleines Volumen, fügt Ammoniak im Überschuß hinzu, versetzt mit Magnesiumchlorid oder Magnesiumsulfat und rührt kräftig um. Bei Anwesenheit von viel Arsen wird sofort eine weiße, kristallinische Fällung von $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4 + 6\text{aq}$ entstehen. Bei Anwesenheit von geringen Mengen Arsen bildet sich der Niederschlag erst nach längerem Stehen. Wenn nach 12stündigem Stehen keine Fällung entsteht, so ist kein Arsen zugegen.

* Lösung

enthaltend $\text{SbCl}_3 + \text{SnCl}_4$

Man dampft die Lösung auf ein kleines Volumen ein, bringt einige Tropfen derselben auf ein Platinblech und legt ein Stück blankes Zinkblech in die Flüssigkeit, so aber, daß es das Platin berührt. Nach einigen Sekunden entfernt man das Zink und beobachtet, ob ein in Salzsäure unlöslicher schwarzer Fleck entstanden ist. Ein solcher zeigt Antimon an. Nun läßt man das Zink wiederum einwirken, bis die Wasserstoffentwicklung fast ganz aufhört, spült sorgfältig, ohne den Kontakt des Platins mit dem Zink zu lösen, mit destill. Wasser ab, entfernt das Zink, indem man etwa anhaftendes Zinn an das Platinblech abstreift, löst in einem Tropfen konz. Salzsäure, bringt die Salzsäurelösung in ein sehr kleines Reagenzglas (Glührohr) und fügt einen Tropfen Mercurichloridlösung hinzu. Eine weiße eventuell graue Fällung zeigt Zinn an.

2. Man erwärmt das Gemenge der 3 Sulfide, das immer Schwefel enthält, mit einer Lösung von Ammonkarbonat und filtrirt:

Rückstand

$\text{Sb}_2\text{S}_3 - \text{SnS}_2 - \text{SnS}$ — Schwefel.

Man löst in konz. Salzsäure und verfällt wie sub 1 bei *

Lösung

enthaltend $\text{As}_2(\text{NH}_4)_3 + \text{AsSO}_3(\text{NH}_4)_3$

Man säuert mit Salzsäure an, wobei gelbes Arsensulfid ausfällt, welches die Anwesenheit des Arsens anzeigt. Um Arsen noch sicherer zu konstatieren, führt man das Sulfid in Arsensäure über mittels rauchender Salpetersäure, wie sub 1 angegeben und erzeugt den Magnesiumammoniumarseniat-Niederschlag.

Die Überführung des Arsensulfids in Arsensäure läßt sich, statt mit rauch. HNO_3 , noch besser durch Lösen desselben in ammoniakalischem Wasserstoffperoxyd bewerkstelligen.

Aus dieser Lösung fällt Magnesiumchlorid oder auch Magnesiumsulfat $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4 + 6 \text{ aq.}$

Zur Sicherheit prüft man noch den Magnesiumniederschlag auf trockenem Wege, durch Erzeugen des Oxydbeschlages auf der Porzellanschale (siehe Seite 246) und durch Prüfen desselben mit Silbernitrat und Ammoniak.

Ein gelber Anflug zeigt Arsen an.

¹⁾ Man wendet gelbes Ammonsulfid an, weil das eventuell vorhandene SnS in farblosem Ammonsulfid nicht löslich ist. Es löst sich nur in gelbem Ammonsulfid (siehe Zinn, S. 257).

mörser, fügt Wasser hinzu und zerdrückt mit dem Pistill, so erhält man leicht kleine Blättchen von Zinn, die sich durch ihre Unlöslichkeit in Salpetersäure von Silber und Blei, und durch ihre Löslichkeit in konzentrierter HCl von Silber unterscheiden.

Diese Reaktion läßt sich weit eleganter und sicherer am Kohlen-sodastäbchen ausführen. Spuren von Zinn färben die durch Kupfer schwach blaufärbte Boraxperle in der Reduktionsflamme rubinrot (durchsichtig). Sehr empfindliche Reaktion.

Die Trennung der Sulfosäuren von den Sulfo-basen und voneinander siehe Tabelle VI, Seite 264.

Gold Au. At.-Gew. = 197.2.

Ordnungszahl 49; Dichte 19.22; Atomvolumen 10.24; Schmelzpunkt 1063°; Siedepunkt 2610°; Wertigkeit 1 und 3; Normalpotential $\text{Au}/\text{Au}^+ = 1.5$; $\text{Au}/\text{Au}^{3+} = 1.3$.

Vorkommen: Das Gold findet sich gediegen in feiner Verteilung auf Quarzgängen, manchmal deutlich regulär kristallisiert, gewöhnlich in Mengen von wenigen Gramm pro Tonne Gestein; dann auch im Sand von Flüssen als Seifen- oder Waschgold. Auch im Fluß- und Meerwasser sind Spuren von Gold vorhanden, die jedoch in älteren Angaben wohl meist zu hoch angegeben sind. Im Rheinwasser sind kürzlich von Haber und Jaenicke $3 \cdot 10^{-3} \text{ mg}$ Gold im Kubikmeter festgestellt worden.¹⁾

Häufig enthalten Pyrite und andere Metallsulfide kleine Mengen von Gold. Als Tellurid kommt das Gold vor im Schrifterz $(\text{Au}, \text{Ag})_2\text{Te}$ und im Blättererz $(\text{Pb}, \text{Au})_2(\text{TeSSb})_3$.

Das kompakte, metallische Gold ist gelb und schmilzt als typisches Edelmetall beim Erhitzen ohne jede Oxydation. Es sind daher etwa in einer Salzschnmelze selbst die kleinsten Goldtröpfchen schon in der Glühhitze an ihrem Glanz erkennbar. Gold ist eines der duktilsten Metalle und läßt sich zu Blättchen von 10^{-4} mm ausschlagen, die das Licht mit blaugrüner Farbe durchschimmern lassen, im auffallenden Licht aber noch die unveränderte Farbe des Goldes zeigen.

Für die technische Verwendung wird das Gold durch Legierung mit Silber oder Kupfer oder beiden gehärtet, wobei die Zuschläge so bemessen werden, daß die Legierung im Gebrauch noch keine dunklen Anlauffarben bekommt. Bei den technischen Au-Ag-Cu-Legierungen zeigt sich eine ziemlich deutliche Resistenzgrenze bei ca. 10 Karat²⁾, oberhalb welcher die Legierungen im Gebrauch blank bleiben. Um indessen der Legierung alles unedle Metall mit kochender

¹⁾ Z. anorg. Ch. 147, 156 (1925).

²⁾ 10 Karat = $10.100/24 = 41.7\%$.