



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie

Qualitative Analyse

Treadwell, Frederick P.

Leipzig [u.a.], 1948

Prüfung von Chloraten auf Hypochloritgehalt

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

c) Auch mittels der Reaktion von Guareschi (vgl. S. 303) läßt sich die Anwesenheit von Bromat leicht erkennen. Ein Chlorat mit 0.14% Bromat gab die Reaktion noch recht deutlich.

d) Bromathaltiges Chlorat reagiert selbst in schwach saurer Lösung mit Jodkaliumstärke unter Blaufärbung. Man kann daher auch die folgende einfache Probe anwenden:

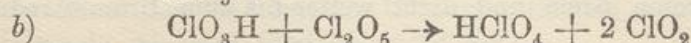
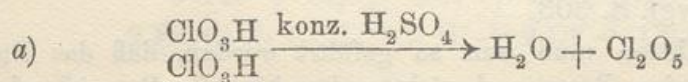
2 g Chlorat werden in 100 ccm Wasser gelöst, 5 ccm einer 10%igen jodfreien Jodkaliumlösung und 5 ccm n-HCl und Stärkelösung zugesetzt. Wenn die Proben dann innerhalb 10 Minuten keine oder nur eine schwache Blaufärbung zeigen, so sind sie als rein anzusehen.

Bemerkung. Die Blaufärbung ist indessen nicht vollkommen charakteristisch für die Anwesenheit von Bromat, sie tritt auch auf, wenn Chlorit zugegen war.

Prüfung von Chloraten auf Hypochloritgehalt.

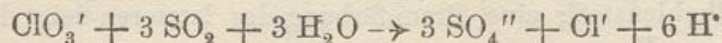
Will man ein auf elektrolytischem Wege dargestelltes Alkalichlorat auf einen etwaigen Gehalt an Hypochlorit prüfen, so löst man ca. 2 Gramm des Salzes in 200 ccm Wasser, fügt 3 ccm 10%ige Jodkalium- und 3 ccm Stärkelösung zu, aber keine Schwefelsäure; so wird, wenn nur Spuren von Hypochlorit anwesend sind, die Lösung sofort stark gebläut; schon $\frac{1}{10}$ mg Hypochlorit bedingt sogar eine sofortige Bläuung der Lösung. Die Lösung anzusäuern ist nicht statthaft.

2. Konzentrierte Schwefelsäure setzt aus allen Chloraten grüngelbes Chlordioxyd frei, das bei geringem Erwärmen auf das heftigste explodiert:

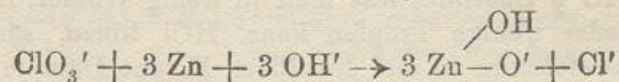


3. Silbernitrat und Bariumchlorid geben keine Fällung.

4. Durch Reduktionsmittel werden Chlorate in saurer und in alkalischer Lösung leicht reduziert. So durch Zink und Salzsäure, aber auch schon durch schweflige Säure:

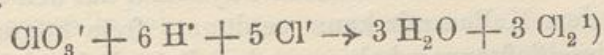


Zinkgries in alkalischer Lösung reduziert ebenfalls nach:



Säuert man die Lösung mit Salpetersäure an, und versetzt die saure Lösung mit Silbernitrat, so fällt weißes Silberchlorid, unlöslich in der Salpetersäure.

5. **Konzentrierte Salzsäure** zersetzt alle Chlorate unter Chlor-entwicklung:



6. **Ferrosalze.** Durch Kochen von Chloraten mit Ferrosalzen, bei Gegenwart von verdünnter Schwefelsäure, findet rasch vollständige Reduktion zu Chlorid statt:



(Unterschied von Perchlorsäure).

7. **Diphenylamin** wie bei Salpetersäure.

Nachweis von Chlorwasserstoffsäure, Salpetersäure und Chlorsäure nebeneinander.

I. Man konstatiert zunächst die Anwesenheit der Chlorwasserstoffsäure durch Fällung eines kleinen Teiles der Lösung mit Silbernitrat; eine weiße Fällung von Chlorsilber zeigt die Chlorwasserstoffsäure an. Den Rest der Lösung versetzt man mit Silbersulfat, bis keine weitere Fällung von Chlorsilber erfolgt, und filtriert. Das Filtrat kocht man mit etwas Kalilauge, um etwa vorhandenes Ammoniak zu vertreiben, versetzt mit ein wenig Devardascher Legierung und kocht; Salpetersäure gibt sich durch Ammoniakentwicklung zu erkennen. Man filtriert vom Kupfer etc. ab, säuert das Filtrat mit Salpetersäure an und versetzt mit Silbernitrat. Eine Fällung von Chlorsilber zeigt die Anwesenheit von Chlorsäure an.

II. Man prüft in einer Probe der Lösung durch Zusatz von überschüssigem Silbernitrat auf Chlorwasserstoffsäure, filtriert und versetzt das Filtrat mit etwas verdünnter schwefliger Säure, wobei von neuem eine Fällung von Chlorsilber entsteht, wenn Chlorsäure zugegen war.

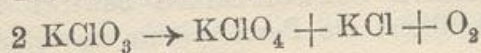
Eine zweite Probe der Lösung prüft man wie oben mit der Devardaschen Legierung auf Salpetersäure.

Reaktionen auf trockenem Wege.

Alle Chlorate entwickeln beim Glühen Sauerstoff und hinterlassen Chlorid. Durch Erhitzen auf der Kohle tritt Verpuffung ein.

Perchlorsäure (Überchlorsäure) HClO_4 .

Alkaliperchlorate entstehen aus den entsprechenden Chloraten beim Erhitzen auf ca. 400°C unter Abgabe von Sauerstoff:



¹⁾ Dem Chlor ist stets Chlordioxyd beigemengt.