



Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie

Qualitative Analyse

Treadwell, Frederick P.

Leipzig [u.a.], 1948

Methoden der Aufschließung

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

Methoden der Aufschließung.

1. **Unlösliche Halogenide** (es kommen nur Silbersalze in Betracht) erhitzt man zum Schmelzen, läßt erkalten, übergießt mit verd. Schwefelsäure und taucht ein Stückchen reinen Zinks in die Säure so, daß es mit der Substanz in Kontakt kommt. Nach einiger Zeit gießt man die Flüssigkeit, welche nun die Halogenwasserstoffsäure nebst Zinksulfat enthält, ab und bewahrt sie zur späteren Prüfung auf Säuren auf (vgl. S. 293). Den Rückstand wäscht man mit destilliertem Wasser und löst das metallische Silber in verd. Salpetersäure, filtriert von etwa vorhandenen Sulfaten, Silikaten usw. ab und prüft die Lösung durch Fällung mit Salzsäure auf Silber.

2. **Unlösliche Sulfate** werden mit der 4—5fachen Menge kalzinerter Soda oder auch mit einem Gemenge von gleichen Teilen Natrium- und Kaliumkarbonat im Platintiegel geschmolzen. Man mischt die feinzerriebene Substanz mit der Soda im Platintiegel, bedeckt mit einer dünnen Schicht Soda, bedeckt den Tiegel und erhitzt zunächst über einem kleinen Flämmchen, um das Wasser, das immer in der Soda vorhanden ist, zu vertreiben; dann steigert man allmählich die Temperatur, bis die Masse in leichten Fluß gerät und erhält ca. $\frac{1}{4}$ Stunde bei dieser Temperatur. Den noch glühend heißen Tiegel kühlt man durch Einstellen in kaltes destilliertes Wasser rasch ab, wobei sich der Schmelzkuchen zusammenzieht und meistens leicht von der Tiegelwandung loslässt. Der Kuchen wird nun so lange mit wenig Wasser im Wasserbade erwärmt, bis er ganz zergeht und keine harten Klümpchen mit dem Glasstab mehr fühlen läßt; dann filtriert man den Rückstand ab. Im Filtrat befindet sich die Schwefelsäure als Natriumsulfat, im Rückstand die alkalischen Erden als Karbonate. Diese wäscht man einmal mit starker Sodalösung, dann mit verdünnter 5%iger Sodalösung, bis im Filtrat keine Schwefelsäure mehr nachgewiesen werden kann, und nun erst wäscht man mit heißem Wasser bis zum Verschwinden der alkalischen Reaktion (vgl. S. 94). Die Karbonate werden in Salpetersäure gelöst und die Lösung nach S. 95 untersucht.

3. **Kieselsäure und Silikate** schmelzt man mit der 4—6fachen Menge Soda: Bildung von löslichem Alkalisilikat (vgl. S. 435 sub 1).

4. **Bleisulfat** wird durch Kochen mit konz. Sodalösung in Karbonat umgewandelt. Calcium- und Strontiumsulfat werden ebenfalls so vollständig zersetzt, Bariumsulfat dagegen nur unvollständig.

5. **Metazinnsäure**, wie sie erhalten wird durch Oxydation von metallischem Zinn durch Salpetersäure, löst man durch Aufkochen mit wenig konz. Salzsäure und nachheriges Behandeln mit viel kaltem Wasser (Peptisation, vgl. S. 260).

Das in der Natur vorkommende **Zinndioxyd** (Zinnstein) sowie die stark geglühte Metazinnsäure lassen sich nicht auf diese Weise in Lösung bringen, wohl aber leicht nach einer der auf S. 263 angegebenen Methoden aufschließen. Meistens wendet man die **Soda-Schwefel-Schmelze** an.

6. **Unlösliche Fluoride** werden durch Abrauchen mit konz. Schwefelsäure zersetzt und die entstandenen Sulfate, wie sub 2 angegeben, weiter behandelt.

7. **Titandioxyd** schmilzt man mit **Kaliumpyrosulfat** im Platintiegel oder mit Soda, extrahiert die Schmelze mit kaltem Wasser und behandelt den Rückstand mit **Schwefelsäure** (vergl. S. 151).

8. **Chromoxyd** und **Chromeisenstein** schmilzt man mit Soda und wenig Salpeter im Platintiegel oder an der Platinspirale oder besser mit **Natriumperoxyd** auf dem Silberblech (vgl. S. 133).

9. **Die unlöslichen komplexen Cyanverbindungen** werden durch Kochen mit Natronlauge leicht und vollständig zersetzt. Nach dem Kochen mit der Lauge verdünnt man mit Wasser und filtriert. Das Filtrat enthält die Säuren als Natriumsalze und kann unter Umständen auch Zink und Aluminium enthalten. Man sättigt daher das Filtrat mit **Kohlendioxyd**, kocht und filtriert einen etwa entstehenden Niederschlag ($\text{Al}(\text{OH})_3$ bzw. ZnCO_3) ab, löst diesen in Salzsäure und prüft die Lösung auf Aluminium und Zink. Das alkalische Filtrat prüft man, nach dem Ansäuern mit Salzsäure nach S. 320 und 322 auf Ferro- und Ferricyanwasserstoffsäure.

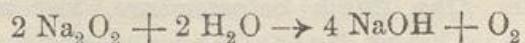
Außer den unlöslichen Körpern unterwirft man auch die löslichen komplexen Cyanverbindungen (Ferro-, Ferri-, Kobaltcyanalkalien) der Aufschließung, indem man sie mit konzentrierter Schwefelsäure abraucht (vgl. S. 147).

Beim Lösen einer Substanz, sei es in Wasser oder in Säuren, treten oft Erscheinungen auf, die für den weiteren Verlauf der Analyse von der größten Wichtigkeit sein können. So lassen sich weitgehende Schlüsse aus der Farbe und Reaktion der entsprechenden Lösung und einer etwa auftretenden Gasentwicklung ziehen. Man prüft die Substanz zunächst auf ihre Löslichkeit in Wasser, indem man ca. $\frac{1}{10}$ g der fein zerriebenen Masse mit wenig kaltem Wasser versetzt und beobachtet, ob eine

Gasentwicklung

eintritt:

a) **Peroxyde der Alkalien oder alkalischen Erden**¹⁾ entwickeln Sauerstoff:

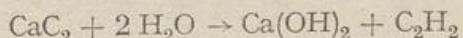


¹⁾ Bariumperoxyd entwickelt nur in der Wärme Sauerstoff.

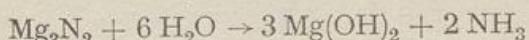
Man prüft das entweichende Gas auf Sauerstoff mit einem glimmenden Span.

In der Lösung (wenn sie noch alkalisch ist, wird sie sorgfältig unter Kühlung mit Schwefelsäure angesäuert) können noch Spuren von Wasserstoffperoxyd mit Kaliumdichromat- (vgl. S. 130) oder mit Titansulfatlösung (vgl. S. 66 und 154) nachgewiesen werden.

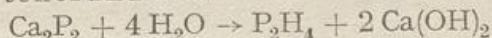
b) **Karbide der alkalischen Erden** (Calciumkarbid) entwickeln Acetylen, ein lauchartig riechendes, mit leuchtender Flamme brennbares Gas:



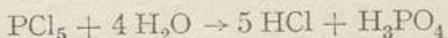
c) **Nitride der alkalischen Erden** (Magnesiumnitrid) entwickeln beim Kochen Ammoniak, am Geruch usw. leicht erkennbar:



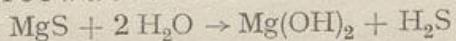
d) **Phosphide der Alkalien und alkalischen Erden** (Calciumphosphid) entwickeln Phosphorwasserstoff, nach Knoblauch riechend, oft selbstentzündlich:



e) **Säurehalogenide** (PCl_5 usw.) entwickeln Halogenwasserstoff:



f) **Manche Sulfide** (MgS , Al_2S_3 usw.) entwickeln beim Erwärmen Schwefelwasserstoff:



Der in Wasser lösliche Teil der Substanz wird getrennt, von dem unlöslichen weiter verarbeitet. Den Rückstand versucht man in Säuren zu lösen, und zwar zunächst in Salzsäure. Bei Anwesenheit von Blei und Silber, welche man meistens in der Vorprüfung findet, wendet man Salpetersäure an.

Bleibt bei der Behandlung mit Säuren ein Rückstand, so ist dieser nach Ermittlung der vorhandenen Körperklassen nach S. 459 aufzuschließen.

II. Aufsuchung der Kationen.

Jede einzelne der erhaltenen Lösungen wird für sich nach den folgenden Tabellen untersucht (vgl. S. 462 ff.).

Bemerkung zur Aufsuchung und Trennung der Gruppen (Tabelle VII).

1. Das Einleiten von Schwefelwasserstoff. Man bringt die saure Lösung (meist 50 bis 100 ccm) in einen Erlenmeyer-Kolben von 300 ccm, versieht denselben mit einem doppelt durch-