



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie

Qualitative Analyse

Treadwell, Frederick P.

Leipzig [u.a.], 1948

Analyse von Metallegierungen

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

Bei Anwesenheit von **Pb** kocht man mit Na_2CO_3 -Lösung, filtriert und prüft das Filtrat, nach dem Ansäuern mit **HCl**, mittels BaCl_2 auf Schwefelsäure.

Bei Anwesenheit von Silikaten muß noch auf H_3PO_4 , **HF**, HBO_2 , **HCl**, H_2SO_4 geprüft werden.

Die auf die eine oder andere Weise erhaltene Lösung prüft man auf ihr Verhalten zu Silbernitrat und Bariumchlorid, um die vorhandenen Gruppen aufzufinden (vgl. Tabelle XIII und XIV).

Erst nachdem man sich über die Gruppen orientiert hat, führt man die speziellen Reaktionen der einzelnen Glieder derselben aus.

Gruppe II.

Die Glieder von Gruppe II werden fast immer in der Vorprüfung nachgewiesen. Für spezielle Reaktionen dieser Säuren vgl. S. 333.

Gruppe III.

SO_2 , CO_2 , $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ werden in der Vorprüfung oder im Gange der Analyse erkannt. HPO_3 , $\text{H}_4\text{P}_2\text{O}_7$, HBO_2 und $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ werden durch spezielle Reaktionen erkannt (vgl. S. 351).

Gruppe IV.

CrO_3 , H_3PO_4 , $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_3$ werden in der Vorprüfung und bei der Aufsuchung der Metalle erkannt.

Gruppe V.

HClO_3 und HNO_3 werden meist in der Vorprüfung erkannt. Man konstatiere aber stets ihre Anwesenheit nach S. 402.

Gruppe VI und VII.

Werden meist in der Vorprüfung erkannt. Man bestätigt durch die unter H_2SO_4 , **HF** und SiO_2 angeführten Reaktionen.

B. Die Substanz ist ein Metall oder eine Metallegierung.

Die Untersuchung einer Metallegierung ist viel einfacher als die eines Salzgemisches, weil auf Säuren nicht geprüft werden muß. Von elektronegativen Elementen kommen meist nur Kohlenstoff, Silicium, Phosphor und Schwefel in Betracht.

Da alle Metalle, ausgenommen Gold, Platin, Zinn und Antimon, in Salpetersäure löslich sind, so werden die Legierungen fast immer durch Salpetersäure in Lösung gebracht und nur in wenigen Fällen ist die Anwendung von Königswasser erforderlich. Manche siliciumreiche Legierungen (z. B. Siliciumkupfer) sind sogar in Königswasser außerordentlich schwer bis unlöslich und werden am besten durch Schmelzen mit Ätzkali im Silbertiegel aufgeschlossen, worauf die Schmelze mit Salpetersäure behandelt wird.

Die Anwendung von Salzsäure zur Lösung von Legierungen ist

nicht ratsam, weil Phosphide, Karbide, Silicide, Sulfide, Arsenide, die oft in kleinen Mengen darin vorkommen, durch die Säure zersetzt werden, wobei die negativen Elemente als flüchtige Wasserstoffverbindungen entweichen können und sich so dem Nachweis entzichen. Bei der Untersuchung der gewöhnlich vorkommenden Metallellierungen verfährt man wie folgt:

1—2 g der Legierung (am besten in Form von Bohrspänen) werden in einer 200 ccm fassenden Porzellanschale, unter gut ziehender Kapelle mit ca. 20 ccm Salpetersäure von der Dichte 1·25—1·30 (1 Volumen konzentrierte HNO_3 + 1 Volumen H_2O) versetzt und nach der ersten heftigen Einwirkung erhitzt, bis keine braunen Dämpfe mehr entweichen, dann sorgfältig unter beständigem Umröhren und Vermeidung von Überhitzen¹⁾ fast zur Trockene verdampft, mit ca. 50 ccm Wasser versetzt und erwärmt.

a) Die Masse löst sich vollständig. Die Legierung enthält weder Zinn noch Antimon; man verfährt nach Tabelle XVI.

b) Die Masse löst sich nicht vollständig: es bleibt ein weißer oder grünlicher Rückstand. Die Legierung enthält Zinn oder Antimon oder beide; man verfährt nach Tabelle XVII.

C. Die Substanz ist eine Flüssigkeit.

Schon aus Farbe, Geruch und Reaktion auf Lackmuspapier lassen sich wichtige Schlüsse ziehen.

a) Die Lösung reagiert neutral; sie enthält daher weder freie Säuren, noch Basen, ebensowenig saure Salze, oder solche, die durch Hydrolyse saure oder alkalische Reaktion zeigen, ferner keine wasserunlöslichen Salze.

Vor allen Dingen überzeugt man sich, ob überhaupt feste Bestandteile in der Flüssigkeit vorhanden sind, indem man eine kleine Probe davon, bei möglichst niedriger Temperatur, um eventuell anwesende flüchtige Verbindungen nicht zu übersehen, zur Trockene verdampft. Bleibt hiebei ein Rückstand, so wird er nach A, S. 477, untersucht.

b) Die Lösung reagiert alkalisch. Die alkalische Reaktion kann bedingt sein durch Hydroxyde der Alkalien oder alkalischen Erden, durch Peroxyde, Karbonate, Borate, Cyanide, Silikate, Sulfide (Zinkate, Aluminate, Molybdate, Wolframate) der Alkalien sowie durch Ammoniak, Hypochlorite u. a. m.

Enthält die Lösung z. B. Hydroxyde oder Karbonate der Alkalien, so kann sie alle diejenigen Körper, die durch diese gefällt werden, nicht enthalten, ausgenommen, wenn sie in Form von komplexen Ionen vorhanden sind (Cyanide, Tartrate usw.).

¹⁾ Weil dadurch leicht in Wasser unlösliche basische Salze entstehen. Sollten sich solche bilden, was man oft an der dunklen Farbe des Rückstandes erkennen kann, so fügt man etwas konzentrierte Salpetersäure hinzu, erwärmt und behandelt erst dann mit Wasser.