



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie

Qualitative Analyse

Treadwell, Frederick P.

Leipzig [u.a.], 1948

Tellur

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

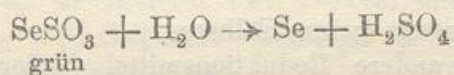
Stoffe usw. wirken störend ein.¹⁾ Tellurige Säure gibt nach Schmidt auch nach längerer Zeit eine rötliche oder blaßblaue Färbung.

Sowohl selenige wie auch Selenensäure können mit Acetylen nachgewiesen werden.²⁾ Man läßt Acetylgas (auch unreines ist verwendbar) auf die zu untersuchende Schwefelsäure einwirken und man erhält eine minder oder stärker rote Färbung. Wenig Salzsäure beschleunigt die Bildung eines roten Niederschlages, der in der Wärme mit grüner Farbe in Lösung geht.

Reaktionen auf trockenem Wege.

Alle Selenverbindungen geben mit Soda gemischt und vor dem Lötrohr auf der Kohle erhitzt den charakteristischen Geruch nach faulem Rettig.

Erhitzt man eine Selenverbindung am Asbestfaden in der oberen Reduktionsflamme des Bunsenbrenners, so wird sie zu Metall reduziert. Hält man unmittelbar oberhalb der Probe ein mit Wasser gefülltes Reagenzglas (vgl. S. 47), so kondensiert sich das Selen als roter Beschlag auf dem Glase. Bringt man nun mehrere Tropfen konzentrierter Schwefelsäure³⁾ in ein zweites Reagenzglas von solcher Weite, daß das Glas mit dem Selenbeschlag eben hineinpaßt, schiebt das mit dem Selen versehene Reagenzglas, nachdem man das Wasser sorgfältig, ohne daß die Außenwandung benetzt wird, entfernt hat, hinein, so löst sich das Selen in der konzentrierten Schwefelsäure⁴⁾ mit grüner Farbe auf und beim Versetzen der Lösung mit etwas Wasser fällt rotes Selen aus (Unterschied von Tellur).



Tellur Te. At.-Gew. = 127.5.

Ordnungszahl 52; Dichte 6.20; Atomvolumen 20.4; Schmelzpunkt gegen 450°; Siedepunkt 1390°; Wertigkeit 2, 4 und 6.

Vorkommen. Das Tellur kommt noch spärlicher in der Natur vor als Selen, stets in Form von Telluriden, besonders der edlen Metalle, als: Calaverit ((Au, Ag)Te₂), Krennerit ((Au, Ag)Te₂), Sylvanit ((Au, Ag)Te₄), Nagyágit (Au₂Sb₂Pb₁₀Te₆S₁₅), Coloradoit (HgTe), Tellursilber (Ag₂Te), ferner in Spuren in tasmanischen Bleiglanzen und vielen amerikanischen Kupfererzen. Der Emmonsit von Cripple Creek, Colorado, ist ein Ferritellurit

¹⁾ Sergejew, C. B. 1897, I, 64; N. A. Orlow, Chem.-Ztg. 25, 66 (1901).

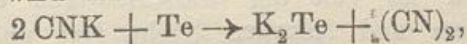
²⁾ Ad. Jouve, Bull. Soc. Chim. Paris, [3] 25, 489 (1901).

³⁾ Die Schwefelsäure erhitzt man vorher im Platintiegel einige Minuten bis nahe an ihren Siedepunkt, um sie völlig zu entwässern, und läßt sie dann im Exsikkator über Phosphorpentoxyd erkalten.

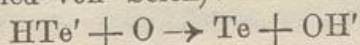
⁴⁾ In der Kälte langsam, in der Wärme leicht.

mit 70·71% TeO_2 und 22·76% Fe_2O_3 .¹⁾ Das Tellur ist ein blauweißer spröder Körper, der bei 450° schmilzt und im Wasserstoffstrom destilliert werden kann.

Tellur verbrennt an der Luft mit blaugrüner Flamme zu Tellurdioxyd. Es ist unlöslich in Schwefelkohlenstoff und wird durch Salpetersäure zu telluriger Säure oxydiert. Durch Schmelzen mit Cyankalium bei Luftabschluß wird das Tellur in Kaliumtellurid verwandelt:



das sich in Wasser mit kirschroter Farbe leicht löst. Durch Einleiten von Luft in diese Lösung fällt das Tellur als schwarzes Pulver aus (Unterschied von Selen):



und läßt sich auf diese Weise von Selen trennen. Aus der wässrigen Lösung der Cyankaliumschmelze beider Elemente scheidet man das Tellur durch Einleiten von Luft und aus dem Filtrat das Selen durch Ansäuern mit HCl ab. Das Tellur bildet zwei Oxyde: TeO_2 und TeO_3 .

Das Tellurdioxyd oder das Tellurigesäureanhydrid TeO_2 stellt eine weiße Masse dar, die bei mäßiger Hitze zu einer gelben Flüssigkeit schmilzt. Das Tellurdioxyd sublimiert nicht (Unterschied von SeO_2). In Wasser ist Tellurdioxyd fast unlöslich, wenig löslich in Ammoniak und verdünnten Säuren, dagegen leicht in konzentrierten Säuren und Kalilauge. In mäßig starker Schwefelsäure löst sich das TeO_2 unter Bildung des basischen Sulfats $\text{Te}_2\text{O}_3 \cdot \text{SO}_4$, in Salpetersäure unter Bildung des basischen Nitrats $\text{Te}_2\text{O}_3(\text{OH})\text{NO}_3$.

Durch Wasser werden diese Verbindungen stark hydrolytisch gespalten unter Abscheidung von unlöslicher telluriger Säure, die bald Wasser abspaltet und das Anhydrid liefert.

Durch Lösen des TeO_2 in Kalilauge erhält man das Kaliumtellurit, K_2TeO_3 . Nur die Tellurite der Alkalien sind in Wasser löslich.

Das Tellurtrioxyd oder Tellursäureanhydrid, TeO_3 , entsteht durch Erhitzen von H_2TeO_4 . Es ist ein gelbes Pulver, das beim Kochen mit Wasser letzteres nicht mehr aufnimmt; Salpetersäure löst es nicht und kochende konzentrierte Salzsäure kaum, dagegen wird es durch starke Kalilauge in der Wärme (nicht aber durch Natronlauge) gelöst unter Bildung von Kaliumtellurat K_2TeO_4 .

Tellursäure, $\text{H}_2\text{TeO}_4 + 2 \text{H}_2\text{O}$, eine sehr schwache Säure,²⁾ erhält man durch Oxydation von telluriger Säure mit Chromsäure und Ausfällen mit konzentrierter Salpetersäure als farblose kristallinische Masse. Die so erhaltene Säure ist leicht löslich in Wasser, unlöslich in

¹⁾ W. F. Hillebrand, Review of Am. Chem. Research 11, 83 (1905.)

²⁾ Vgl. K. B. Heberlein, Dissert., Basel 1898, S. 105.

Alkohol, wird durch konzentrierte Salzsäure unter Chlorentwicklung in tellurige Säure verwandelt. In Kali- und Natronlauge löst sich die Tellursäure leicht unter Bildung von wasserlöslichen Alkalitelluraten, welche in der wässerigen Lösung stark alkalisch reagieren.

Durch mäßiges Erhitzen des Tellursäurehydrats erhält man die wasserfreie Säure, H_2TeO_4 , als weißes Pulver, das vollständig verschieden ist von der wasserhaltigen Säure. Während diese sich in Wasser und Alkalien leicht löst und durch Kochen mit konzentrierter Salzsäure vollständig zu telluriger Säure reduziert wird, löst sich die wasserfreie Säure (H_2TeO_4) nicht in Wasser oder kochender Natronlauge und wird nur spurenweise von kochender konzentrierter Salzsäure angegriffen, löst sich dagegen leicht in warmer Kalilauge.

Nur die Tellurate der Alkalien lösen sich in Wasser, die übrigen stellen meist amorphe, in Säuren lösliche Niederschläge dar.

Reaktionen auf nassem Wege.

A. Tellurige Säure.

Man verwende eine Lösung von Kaliumtellurit K_2TeO_3 .

1. H_2S fällt aus sauren Lösungen braunes Gemisch von Tellur und Schwefel¹⁾ leicht löslich in $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.

2. Reduktionsmittel.

a) SO_2 fällt nur aus verdünnter salzsaurer Lösung alles Tellur (schwarz), auch bei Gegenwart von Weinsäure; dagegen fällt SO_2 aus sehr stark salzsaurer Lösung, auch beim Kochen kein Tellur (Unterschied von Selen). Man verwende Salzsäure von der Dichte 1.175. Aus schwefelsaurer Lösung erzeugt SO_2 keine Fällung (Unterschied von Selen).

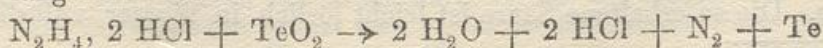
b) SnCl_2 fällt aus salz- und schwefelsaurer Lösung sofort schwarzes Tellur.

c) FeSO_4 reduziert weder die tellurige Säure noch die Tellursäure (Unterschied von Selen).

d) Hydroxylaminchlorhydrat (oder -sulfat) erzeugen in Lösungen von telluriger Säure, bei Gegenwart von Mineralsäuren, keine Fällung, dagegen wird nach längerem Kochen der ammoniakalischen Lösung alles Tellur gefällt:



e) Hydrazinchlorhydrat fällt aus saurer und alkalischer Lösung nach längerem Kochen alles Tellur als schwarzes Pulver:



¹⁾ Vgl. Pellini, C. B. 1909, II, 790.

f) **HJ** (Jodkalium und Salzsäure) erzeugt keine Fällung, sondern eine rotbraune Färbung, die beim Verdünnen der Lösung in Hellgelb umschlägt (Unterschied von Selen).

g) **Zink** (Eisen, Antimon, Zinn, Cadmium, Quecksilber, Blei und Kupfer) fällt schwarzes Tellur.

3. **HCl** erzeugt eine weiße Fällung von H_2TeO_3 , löslich im Überschuß (Unterschied von Selen).

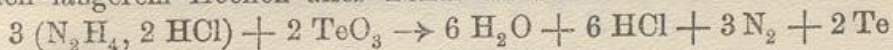
B. Tellursäure.

Man verwende eine Lösung von Kaliumtellurat K_2TeO_4 .

1. **HCl** erzeugt keine Fällung, entwickelt aber beim Kochen Chlor und beim Verdünnen der Lösung mit Wasser fällt tellurige Säure aus.

2. H_2S und Reduktionsmittel wirken in der Wärme wie bei H_2TeO_3 .

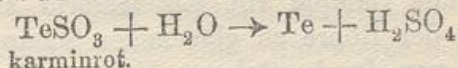
3. **Hydrazinchlorhydrat** fällt aus saurer oder alkalischer Lösung nach längerem Kochen alles Tellur als schwarzes Pulver:



4. **Bleisalze** fallen sehr schwer lösliches Bleitellurat.

Reaktionen auf trockenem Wege.

Alle Tellurverbindungen geben beim Erhitzen in der oberen Reduktionsflamme metallisches Tellur, das auf der äußeren Bodenfläche eines durch Wasser kaltgehaltenen Reagenzglases als schwarzer Anflug aufgefangen und, wie bei Selen angegeben, in ganz konzentrierter Schwefelsäure gelöst werden kann. Die Lösung hat eine karminrote Farbe (Unterschied von Selen) und scheidet auf Wasserzusatz schwarzes Tellur ab:



Nachweis von Selen und Tellur in Erzen.

Man erhitzt das feingepulverte und getrocknete Mineral im Chlorstrom. Dabei entweichen die Chloride des Schwefels, Selen, Tellurs, Arsens, Antimons und Eisens,¹⁾ welche in einer mit verdünnter Salzsäure beschickten 10-Kugelhöhre aufgefangen werden.

¹⁾ Bei der Einwirkung des Chlors bilden sich folgende Chlorverbindungen: S_2Cl_2 (Sdp. 138°C), SeCl_4 (Sdp. 200°C , sublimiert), TeCl_4 (Sdp. 414°C), AsCl_3 (Sdp. 130°C), SbCl_3 (Sdp. 223°C).

Durch Wasser werden diese Chloride wie folgt zersetzt:

1. $2 \text{S}_2\text{Cl}_2 + 2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow 4 \text{HCl} + \text{SO}_2 + 3 \text{S}$,
2. $\text{SeCl}_4 + 2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow 4 \text{HCl} + \text{SeO}_2$,
3. $\text{TeCl}_4 + 2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow 4 \text{HCl} + \text{TeO}_2$,
4. $2 \text{AsCl}_3 + 3 \text{H}_2\text{O} \rightarrow 6 \text{HCl} + \text{As}_2\text{O}_3$,
5. $2 \text{SbCl}_3 + 3 \text{H}_2\text{O} \rightarrow 6 \text{HCl} + \text{Sb}_2\text{O}_3$

Ausführung. Man bringt das feingepulverte und getrocknete Mineral in ein Porzellanschiffchen, schiebt dieses in die aus schwer-schmelzbarem Glase bestehende Zersetzungsröhre *R* (Fig. 29), die einerseits mit der Waschflasche *B*, anderseits mit der mit verd. Salzsäure beschickten 10-Kugelhöhre *Z* verbunden wird. *K* ist ein mit Chlorkalk und Salzsäure beschickter Kippscher Chlorentwickler, *A* ist eine mit Wasser, *B* eine mit konzentrierter Schwefelsäure beschickte Waschflasche. Nun leitet man Chlor in die Röhre *R*.

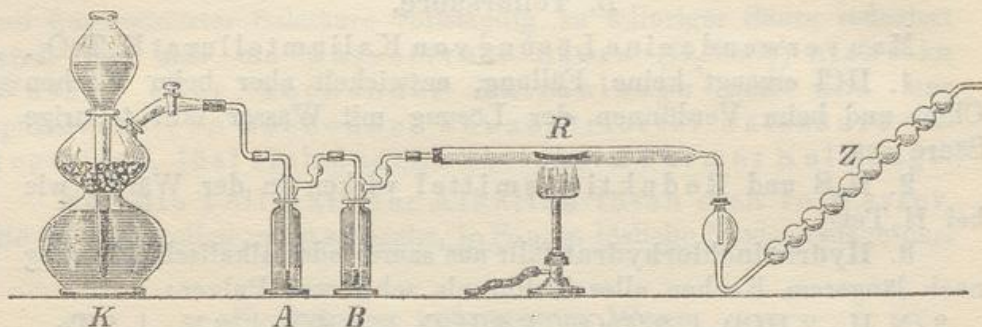


Fig. 29.

Sobald die Luft vertrieben ist, erwärmt man die Substanz anfangs gelinde. Sofort beginnt die Einwirkung, was an der auftretenden Nebelbildung erkannt wird; bald sammeln sich in dem vorderen Teile der Röhre Tropfen von Chlorschwefel, die man durch sorgfältiges Erwärmen in die Vorlage hinüber treibt. Beim weiteren Erhitzen sammelt sich ein weißes Sublimat von Selenchlorid in dem vorderen Teile der Röhre an, das auch durch stärkeres Erhitzen in die Vorlage hinübergetrieben wird. Jetzt erhitzt man das Schiffchen stärker, wobei braune Dämpfe von Eisenchlorid auftreten, die sich im vorderen Teile der Röhre zu glänzenden Schuppen kondensieren. Auch diese treibt man durch stärkeres Erhitzen in die Vorlage. Das Erhitzen des Schiffchens wird aber fortgesetzt, bis keine Dämpfe mehr entweichen. Nun wird der Inhalt der 10-Kugelhöhre in eine Porzellanschale gegossen, 0.5 Chlorkalium¹⁾ zugesetzt und im Wasserbade bei möglichst niedriger Temperatur auf ein kleines Volumen verdampft und mit Zinnchlorür gefällt. Bei Anwesenheit von Tellur entsteht ein schwarzer Niederschlag, der auch Selen enthalten kann. Man filtriert ihn durch Asbest ab, wäscht mit verdünntem HCl, bringt man das Filterchen samt Niederschlag in ein Reagenzglas, kocht mit konzentrierter Salpetersäure, bis keine schwarzen Punkte mehr wahrgenommen werden können, verdünnt mit Wasser und filtriert. Das Filtrat verdampft man im Wasserbade zur Trockene, löst den Rückstand in

¹⁾ Der Zusatz des Chlorkaliums hemmt die Verflüchtigung des Selen beim Eindampfen, verhindert sie aber nicht ganz.

10 ccm Salzsäure von der Dichte 1.175 und leitet in der Hitze SO_2 -Gas ein. Etwa vorhandenes Selen fällt als roter Niederschlag aus, der abfiltriert wird. Das Filtrat verdünnt man stark mit Wasser und leitet abermals SO_2 bei Siedehitze ein, wobei nun das Tellur als schwarzer Niederschlag ausfällt. Man identifiziert nun sowohl das Selen als auch das Tellur auf trockenem Wege nach S. 540 und 543.

Platinmetalle.

Ruthenium, Rhodium, Palladium; Osmium, Iridium, Platin.

Das Platin ist schon auf S. 263 besprochen worden.

Ruthenium Ru. At.-Gew. = 101.7.

Ordnungszahl 44; Dichte 12.26; Atomvolumen 8.30; Schmelzpunkt über 1950° ; Wertigkeit 8, 6, 4, 3 (2).

Eigenschaften: Das metallische Ruthenium ist spröde und läßt sich pulverisieren. Die größte Ähnlichkeit weist das Metall mit dem Osmium auf. Nur von den stark oxydierenden Säuren wird es merklich angegriffen. Ebenso wie das Osmium bildet auch das Ruthenium ein leichtflüchtiges Tetroxyd RuO_4 , das bei 25° schmilzt und bei 100° siedet. Der Dampf wirkt stark irritierend auf die Schleimhäute.

Das Rutheniumtetroxyd entsteht:

- a) durch Oxydation des Metalls bei $700-800^\circ$ im Sauerstoffstrom;
- b) beim Erhitzen des Metalls mit Königswasser oder Salpetersäure;
- c) beim Kochen einer Rutheniumsalzlösung mit Permanganat;
- d) beim Durchleiten von Chlor durch eine heiße Ruthenatlösung, die durch Schmelzen des Metalls mit Ätzkali erhalten wird.

Sowohl zum Nachweis wie auch zur Reindarstellung des Metalls ist das Tetroxyd am besten geeignet.

Reaktionen des Tetroxyds: Rutheniumtetroxyd wird durch Salzsäure, deren Dichte größer als 1.16 ist, zum 4-wertigen RuCl_4 und ev. langsam zum 3-wertigen RuCl_3 reduziert.

Mit Natronlauge bildet sich eine gelbe Lösung des Ruthenats Na_2RuO_4 , die das Ruthenium in der 6-wertigen Stufe enthält. Beim Ansäuern dieser Lösung entstehen 3- und 4-wertige Rutheniumchloride, neben freiem Tetroxyd.

Thioharnstoff gibt mit einer wässrigen Lösung von Rutheniumtetroxyd eine intensiv blaue Färbung, die meist erst beim Erwärmen entsteht. Rutheniumtetroxyd wird von Alkohol und andern organischen Substanzen augenblicklich zu schwarzem Dioxyd reduziert.