



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie

Qualitative Analyse

Treadwell, Frederick P.

Leipzig [u.a.], 1948

Konzentration der Reagentien

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

dieser Gruppe werden daher durch Schwefelwasserstoff nur aus alkalischer Lösung vollständig gefällt.

Die vierte Gruppe umfaßt die Metallionen, deren Sulfide in Wasser löslich, deren Karbonate bei Gegenwart von Chlorammonium unlöslich sind. Sie werden von Ammonkarbonat, bei Gegenwart von Chlorammonium, nicht aber durch die vorhergenannten Reagentien gefällt.

Die fünfte Gruppe enthält das Magnesium und die Alkalien; sie werden durch die vorhergehenden Reagentien nicht gefällt.

Um eine Analyse mit Sicherheit ausführen zu können, müssen nicht bloß die Reaktionen der einzelnen Elemente, sondern es muß auch die Empfindlichkeit der Reaktionen geläufig sein. Aus der Größe eines entstandenen Niederschlages muß der Analytiker auf die ungefähre Menge des gefundenen Körpers in der untersuchten Substanz schließen können. Dies ist aber nur dann möglich, wenn die Versuche mit bekannten Gewichtsmengen ausgeführt werden. Daher gebe man den Reagentien eine bekannte Stärke und lasse sie auf bekannte Gewichtsmengen der einzelnen Stoffe einwirken. Nach dem Vorschlag von R. Blochmann (B. B. 1890, S. 31) mache man die Lösungen der einzelnen Stoffe entweder doppelnormal, normal, halbnormal oder zehntelnormal, damit die stöchiometrischen Verhältnisse, die den Reaktionen zu Grunde liegen, möglichst deutlich erkennbar werden.

Unter einer Normallösung versteht man eine solche, welche im Liter ein Grammäquivalent der betreffenden Substanz, bezogen auf ein Grammatom Wasserstoff als Einheit, gelöst enthält. Eine Zehntelnormallösung würde demnach $\frac{1}{10}$ Grammäquivalent im Liter enthalten etc.

So enthält 1 l einer normalen

Salzsäure: $\text{HCl} = 36.47 \text{ g}$, äquivalent 1 Grammatom Wasserstoff.

Schwefelsäure: $\frac{\text{H}_2\text{SO}_4}{2} = \frac{98.086}{2} = 49.043 \text{ g}$, äquivalent 1 Grammatom Wasserstoff.

Phosphorsäure: $\frac{\text{H}_3\text{PO}_4}{3} = \frac{98.064}{3} = 32.688 \text{ g}$, äquivalent 1 Grammatom Wasserstoff.

Natron: $\text{NaOH} = 40.008 \text{ g}$, äquivalent 1 Grammatom Wasserstoff.

Kaliumpermanganat: $\frac{\text{KMnO}_4}{5} = \frac{158.03}{5} = 31.606 \text{ g, äqui-}$
valent 1 Grammatom Wasserstoff (Seite 4).¹⁾

Kaliumdichromat: $\frac{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}{6} = \frac{294.2}{6} = 49.03 \text{ g, äquivalent}$
1 Grammatom Wasserstoff (Seite 4).¹⁾

Der große Vorteil dieses Systems liegt darin, daß man immer weiß, wieviel von einer Lösung erforderlich ist, um mit einer gegebenen Menge einer anderen Lösung quantitativ zu reagieren. So erfordert 1 ccm einer normalen Natronlauge 1 ccm irgend einer normalen oder 2 ccm einer halbnormalen oder 10 ccm einer zehntelnormalen Säure zur Neutralisation.

Ebenso erfordert 1 ccm einer normalen Bariumchloridlösung genau 1 ccm einer normalen Schwefelsäure oder 1 ccm irgend einer normalen Sulfatlösung, um quantitativ als Bariumsulfat gefällt zu werden.

Die gewöhnlichen Reagentien des Laboratoriums sind:

I. Konzentrierte Säuren.

	Dichte	Gewichtsprocente
1. Salzsäure	1.189	37.9
2. Salpetersäure	1.386	62.44 ²⁾
3. Schwefelsäure	1.840	96.0

II. Verdünnte Säuren, $\frac{2}{1}$ normal.

1000 ccm enthalten in Grammen:

1. Salzsäure	72.92 g
2. Salpetersäure	126.04 g
3. Schwefelsäure	98.09 g
4. Essigsäure	120.06 g
5. Weinsäure	150.05 g

¹⁾ 1 Mol KMnO_4 oxydiert in saurer Lösung mit $\frac{5}{2}$ O, entsprechend 5 H.
1 Mol $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ oxydiert in saurer Lösung mit 3 O, entsprechend 6 H.
Die Normalität dieser Lösungen ist somit auf Grund der disponibeln Sauerstoffatome berechnet.

Die Normalität richtet sich stets nach dem Zweck, dem die Lösung dienen soll.

²⁾ In vielen Fällen braucht man Salpetersäure von der Dichte 1.20 (= 32.26%). Man bereitet sie, indem man 100 ccm der konzentrierten Säure mit 128.8 ccm Wasser versetzt.

III. Konzentrierte Alkalien.

1. Konz. Ammoniak (spez. Gew. = 0.905) mit 27.00% NH_3 .

IV. Verdünnte Alkalien, $\frac{2}{1}$ normal.

1000 ccm enthalten in Grammen.

1. Natriumhydroxyd 80.02 g
2. Kaliumhydroxyd 112.22 g
3. Ammoniumhydroxyd 70.10 g

V. Salze.

a) $\frac{2}{1}$ normal.

1000 ccm enthalten in Grammen:

1. Ammonkarbonat $((\text{NH}_4)_2\text{CO}_3)$ 96.08 g
2. Ammonchlorid (NH_4Cl) 107.00 g
3. Natriumkarbonat (Na_2CO_3) 106.00 g
4. Ammonsulfid $((\text{NH}_4)_2\text{S})$ 68.15 g

b) $\frac{1}{1}$ normal.

1000 ccm enthalten in Grammen:

1. Natriumacetat $(\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 + 3 \text{H}_2\text{O})$. . . = 136.07 g
2. Natriumphosphat $(\text{Na}_2\text{HPO}_4 + 12 \text{H}_2\text{O}) \frac{358.24}{3} = 119.41 \text{ g}$
3. Natriumhypochlorit $(\text{NaOCl}) \frac{74.46}{2} . . . = 37.23 \text{ g}$
4. Natriumnitrit (NaNO_2) 69.01 . . . = 69.01 g
5. Kaliumnitrit (KNO_2) 85.11 . . . = 85.11 g
6. Kaliumbichromat $(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \frac{294.20}{6} . . . = 49.03 \text{ g}$
7. Calciumchlorid $(\text{CaCl}_2 + 6 \text{H}_2\text{O}) \frac{219.086}{2} . = 109.54 \text{ g}$
8. Magnesiumsulfat $(\text{MgSO}_4 + 7 \text{H}_2\text{O}) \frac{246.502}{2} . = 123.25 \text{ g}$
9. Bariumchlorid $(\text{BaCl}_2 + 2 \text{H}_2\text{O}) \frac{244.322}{2} . . = 122.16 \text{ g}$
10. Eisenchlorid $(\text{FeCl}_3) \frac{162.22}{3} . . . = 54.07 \text{ g}$
 oder $\text{FeCl}_3 + 3 \text{H}_2\text{O} \frac{216.27}{3} . . . = 72.09 \text{ g}$

11. Ferrocyankalium ($K_4[Fe(CN)_6] + 3 H_2O$) $\frac{422.348}{4} = 105.59 g$
12. Bleiacetat ($Pb(C_2H_3O_2)_2 + 3 H_2O$) $\frac{379.196}{2} = 189.60 g$
13. Zinnchlorür ($SnCl_2 + 2 H_2O$) $\frac{225.952}{2} . . . = 112.98 g$
14. Mercurinitrat ($Hg_2(NO_3)_2$) $\frac{525.22}{2} . . . = 262.61 g$
15. Kobaltnitrat ($Co(NO_3)_2 + 6 H_2O$) $\frac{291.086}{2} . = 145.54 g$

c) $\frac{1}{2}$ normal.

1000 ccm enthalten in Grammen:

16. Ammoniumoxalat ($C_2O_4(NH_4)_2 + H_2O$) $\frac{142.10}{4} = 35.53 g$
17. Wismutnitrat ($Bi(NO_3)_3 + 5 H_2O$) $\frac{484.11}{6} = 80.68 g$
18. Mercurichlorid ($HgCl_2$) $\frac{271.52}{4} = 67.88 g$
19. Natriumthiosulfat ($Na_2S_2O_3 + 5 H_2O$) $\frac{248.22}{2} = 124.11 g$
20. Natriumbromid ($NaBr + 2 H_2O$) $\frac{138.952}{2} . = 69.48 g^1)$
 oder ($NaBr$) $\frac{102.92}{2} = 51.46 g$
21. Kaliumcyanid (KCN) $\frac{65.11}{2} = 32.55 g$
22. Kaliumjodid (KJ) $\frac{166.02}{2} = 83.01 g$
23. Kaliumrhodanid ($KCNS$) $\frac{97.18}{2} = 48.59 g$
24. Kaliumarseniat (KH_2AsO_4) $\frac{180.076}{6} . . . = 30.01 g$
25. Zinksulfat ($ZnSO_4 + 7 H_2O$) $\frac{287.552}{4} . . . = 71.89 g$
26. Mangansulfat ($MnSO_4 + 4 H_2O$) $\frac{223.064}{4} . . = 55.77 g$

¹⁾ Unterhalb $50.7^\circ C$ kristallisiert, erhält man das Natriumbromid mit $2 H_2O$; oberhalb dieser Temperatur wasserfrei.

$$27. \text{Nickelsulfat } (\text{NiSO}_4 + 7 \text{H}_2\text{O}) \frac{280.862}{4} \dots = 70.22 \text{ g}$$

$$28. \text{Cadmiumsulfat } (3 \text{CdSO}_4 + 8 \text{H}_2\text{O}) \frac{769.538}{12} = 64.13 \text{ g}$$

$$29. \text{Kupfersulfat } (\text{CuSO}_4 + 5 \text{H}_2\text{O}) \frac{249.72}{4} \dots = 62.43 \text{ g}$$

$$30. \text{Chromalaun } (\text{CrK}(\text{SO}_4)_2 + 12 \text{H}_2\text{O}) \frac{499.432}{6} = 83.24 \text{ g}$$

$$31. \text{Alaun } (\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 + 12 \text{H}_2\text{O}) \frac{474.532}{6} \dots = 79.09 \text{ g}$$

d) $\frac{1}{10}$ normal.

1000 ccm enthalten in Grammen:

$$32. \text{Uranylacetat } (\text{UO}_2(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 + 2 \text{H}_2\text{O}) \frac{424.58}{20} = 21.23 \text{ g}$$

$$33. \text{Silbernitrat } (\text{AgNO}_3) \frac{169.89}{10} \dots \dots \dots = 16.99 \text{ g}$$

e) 10-prozentig.

34. Platinichlorwasserstoffsäure $([\text{PtCl}_6]\text{H}_2 + 6 \text{H}_2\text{O})$ 518.072.
Man löst 26.55 g der Säure, entsprechend 10 g Platin, zu 100 ccm in Wasser.

f) 30-prozentig.

35. Natronlauge. Man löst 30 g NaOH zu 100 ccm in Wasser.

VI. Gesättigte Lösungen.

100 g Lösung enthalten bei 25° C:

1. Schwefelwasserstoffwasser . . . 0.40 g H_2S
2. Barytwasser 4.24 g BaO
3. Kalkwasser 0.12 g CaO
4. Gipswasser 0.21 g CaSO_4
5. Chlorwasser 0.64 g Cl_2
6. Bromwasser 3.40 g Br_2

Im hiesigen Institut lassen wir diese Lösungen in Mengen von 5 l bereiten. Damit dies möglichst rasch und für qualitative Zwecke hinlänglich genau ausgeführt werden kann, lasse man sich Kolben à 5 l, welche am Halse mit einer Marke versehen sind, herstellen und ebenso kleine mit Schrot beschwerte Blechbüchsen, welche so viel wiegen wie die in 5 l zu lösende Substanzmenge. Zur Herstellung der verdünnten Säuren und des Ammoniaks benützen wir kleine Zylinder, die so geeicht sind, daß die erforderliche Menge der konzentrierten Handelssäure darin abgemessen werden kann, die dann auf 5 l verdünnt wird.

So geben	278 ccm	konz. Schwefelsäure	5 l	$\frac{2}{1}$	n. Säure
und	726 ccm	„ Salpetersäure	5 „	$\frac{2}{1}$	„ „
„	809 ccm	„ Salzsäure	5 „	$\frac{2}{1}$	„ „
„	1922 ccm	30%ige Essigsäure	5 „	$\frac{2}{1}$	„ „
„	698·5 ccm	konz. Ammoniak	5 „	$\frac{2}{1}$	„ „

Bestimmung der Empfindlichkeit der Reaktionen.

Eine Reaktion ist um so empfindlicher, je geringer die Substanzmenge ist, die sich, bei einer gegebenen Konzentration, nach einer bestimmten Zeit mit dem betreffenden Reagens nachweisen läßt. Wir wollen uns die Substanz in 100 ccm Flüssigkeit gelöst denken, die Reaktionszeit auf 2—3 Minuten festsetzen und als Grenze der Empfindlichkeit die kleinste unter diesen Bedingungen nachweisbare Menge der betreffenden Substanz bezeichnen.

An Hand einiger Beispiele wird die Art und Weise dieser Bestimmungen klar.

Magnesiumion wird durch Phosphation bei Gegenwart von Ammonchlorid und Ammoniak als Magnesiumammoniumphosphat gefällt. Welches ist nun die Empfindlichkeit dieser Reaktion? Wir nehmen von unserer normalen Magnesiumsulfatlösung 1 ccm, fügen drei Tropfen Chlorammoniumlösung, drei Tropfen konz. Ammoniak und 2—3 Tropfen Natriumphosphatlösung hinzu: es entsteht sofort die charakteristische weiße Fällung. Nun verdünnen wir die normale Magnesiumsulfatlösung auf das Zehnfache und wiederholen den Versuch mit 1 ccm der verdünnten Lösung etc., bis eine eben noch sichtbare Fällung entsteht. Das Ergebnis wird sein:

1 ccm der $\frac{1}{1}$ n. Mg-Lös., wovon 100 ccm 1·2 g Mg enthalten, reagiert sofort.

1 ccm der $\frac{1}{10}$ n. Mg-Lös., wovon 100 ccm 0·12 g Mg enthalten, reagiert sofort.

1 ccm der $\frac{1}{100}$ n. Mg-Lös., wovon 100 ccm 0·012 g Mg enthalten, reagiert sofort.

1 ccm der $\frac{1}{1000}$ n. Mg-Lös., wovon 100 ccm 0·0012 g Mg enthalten reagiert nach wenigen Sekunden.