QUALITATIVE ANALYSE
UNORGANISCHER SUBSTANZEN

VON

HEINRICH BILTZ

MIT ACHT FIGUREN

DREIZEHNTE UND VIERZEHNTE AUFLAGE

BERLIN UND LEIPZIG 1936
WALTER DE GRUYTER & CO.
VORMALS G. J. GÖSCHEN'SCHE VERLAGSHANDLUNG :: J. GUTTENTAG, VERLAGS-
BUCHHANDLUNG :: GEORG REIMER :: KARL J. TRÜBNER :: VEIT & COMP.

Der Verfasser behält sich das Recht der Übersetzung vor

Printed in Germany
Archiv-Nr. 52 06 36

Druck von Metzger & Wittig in Leipzig

INHALT

Seite

Einleitung 1

Analytische Operationen 4

Gang der Analyse 8

Die Vorprüfungen 9

Auflösen 14

Aufschließen 16

Prüfung auf Metalle 21

Chlorwasserstoffgruppe 22

Bemerkungen zur Chlorwasserstoffgruppe 23

Schwefelwasserstoffgruppe 25

Bemerkungen zur Schwefelwasserstoffgruppe 31

Ammoniumsulfidgruppe 33

Bemerkungen zur Ammoniumsulfidgruppe 42

Ammoniumcarbonatgruppe 46

Bemerkungen zur Ammoniumcarbonatgruppe 49

Magnesium-Alkalimetallgruppe 50

Bemerkungen zur Magnesium-Alkalimetallgruppe 52

Wertigkeitsstufe der Metalle 53

Prüfung auf Säuren 56

Bemerkungen zur Prüfung auf Säuren 62

Kurze tabellarische Übersicht über die Trennung der Metalle 63

Einleitung

Für die erfolgreiche Benutzung des vorliegenden Analysenganges ist eine gewisse Kenntnis der speziellen, unorganischen Chemie nötig, wie sie bei der Durcharbeitung der von mir im gleichen Verlage veröffentlichten „Experimentellen Einführung in die unorganische Chemie" erworben wird. Es ist zweckmäßig, diese Kenntnis durch ein Studium des Analysenganges an der Hand der „Experimentellen Einführung" zu beleben und durch gelegentliche Wiederholungen zu befestigen. Je besser der Arbeitende den Analysengang versteht und auswendig kennt, desto flotter wird die Arbeit vonstatten gehen; desto sicherer wird er Schwierigkeiten, wie sie in der Analyse oft vorkommen, zu überwinden imstande sein. Zur Erreichung dieses Zieles ist neben der Laboratoriumstätigkeit eifrige häusliche Arbeit nötig; dabei ist es zweckmäßig, den Gang der Analyse in Form von Tabellen kurz und übersichtlich zusammenzustellen, wofür am Schlusse dieses Buches ein gedrängtes Übersichtsschema gegeben ist.

Man mache sich von vornherein klar, daß die sachgemäße Ausführung einer qualitativen Analyse außer experimentellem Geschicke große Kenntnisse und Erfahrungen verlangt. Schablonenmäßig nach einem „Gange" zu arbeiten, ist unmöglich. Die gleichzeitige Gegenwart verschiedener Stoffe modifiziert vielfach die Umsetzungen, die die Lösungen der getrennten Stoffe zeigen, ohne daß es möglich wäre, alle diese Fälle in Regeln zu fassen. Das Geschick des Analytikers zeigt sich darin, daß er bei solchen Vorkommnissen die Ursache erkennt und auf Grund seines unorganisch-chemischen Wissens den richtigen Weg selbständig einschlägt. Durch „Bemerkungen", die den Gruppen angefügt sind, ist für eine Reihe solcher Fälle der Ausweg angedeutet.

Während der Ausführung der Analyse ist kurz, aber genau Buch zu führen: die sicher gefundenen Bestandteile, etwa gemachte besondere Beobachtungen, ferner Abweichungen vom normalen Analysengange sind aufzuschreiben. Wird die Arbeit unterbrochen, so ist zu notieren, wie weit man gekommen ist; außerdem sind die vorhandenen Niederschläge und Filtrate selbst zu bezeichnen, damit Verwechslungen vermieden werden.

Es ist empfehlenswert, bei der Zusammenstellung der Analysenresultate anzugeben, was die Hauptbestandteile, was geringe Beimengungen sind. Sind von gewissen Bestandteilen (z. B. von Aluminium, Eisen, Natrium, Chlorwasserstoff) nur Spuren gefunden worden, so muß dies bemerkt werden. Es wäre falsch, bei der Analyse eines mit sehr wenig Natriumchlorid verunreinigten Kaliumnitrats nur anzugeben, daß Kalium, Natrium, Chlorwasserstoffsäure und Salpetersäure gefunden seien, ohne eine ungefähre Angabe ihrer Mengenverhältnisse zu machen. Anderseits sei man natürlich bei derartigen Bemerkungen vorsichtig und vermeide, mehr zu behaupten, als man in einer qualitativen Analyse sicher feststellen kann; dabei lasse man sich von seiner Kenntnis der mehr oder weniger großen Empfindlichkeit der Reaktionen leiten; auch beachte man, daß lockere Niederschläge einen höheren Gehalt vortäuschen können, schwere Niederschläge einen geringeren.

Ist ein Bestandteil einer Analysensubstanz[1]) isoliert, so sind mit ihm Identitätsprüfungen auszuführen, durch die erwiesen wird, daß wirklich der Stoff vorliegt, der nach dem Gange der Analyse an der betreffenden Stelle gefunden werden soll; namentlich dann, wenn nur geringe Fällungen eintreten, ist große Vorsicht nötig. Man halte sich immer gegenwärtig, daß keine Trennung quantitativ ist, daß also leicht Stoffe der einen Gruppe in eine andere Gruppe verschleppt werden können; ferner, daß viele Umsetzungen durch Gegenwart fremder Stoffe beeinflußt werden. Besonders störend wirkt die Anwesenheit organischer, namentlich hydroxylhaltiger Stoffe, wie Zucker, Weinsäure, Glyzerin; sind solche in der Analysensubstanz vorhanden, so müssen sie nach den Vorschriften der toxikologischen Analyse, oder sonst in geeigneter Weise entfernt werden, ehe die Prüfung auf Metalle vorgenommen werden kann.

Die Stelle, an der ein Stoff im Verlaufe der Analyse gefunden wird, ist im folgenden dadurch gekennzeichnet, daß sein Name kursiv gedruckt und unterstrichen ist, also: *Ammonium*, *Kupfer*. Außerdem ist der Name am Rande der Seite wiederholt.

Durch unreine Reagenzien können erhebliche Störungen veranlaßt werden. Man achte z. B. darauf, daß die Ammoniak-Lösung frei von Ammoniumcarbonat sei (eine mit etwas Calciumchlorid-Lösung versetzte Probe darf weder sofort noch nach kurzem Erwärmen eine Trübung geben), weil sonst Erdalkalimetalle mit der Ammoniumsulfidgruppe fallen; ferner, daß die Salpetersäure chlorwasserstofffrei, daß die Natriumhydroxyd-Lösung möglichst von Kieselsäure, die im Gange der Analyse Aluminium vortäuschen könnte, frei sei. Von den Säuren werden, falls nichts anderes angegeben ist, die 2 *n*- oder die zehnprozentigen Lösungen verwendet.

---

[1]) Mit dem Worte „Analysensubstanz" oder „Substanz" ist im folgenden stets der zu analysierende Stoff bezeichnet.

Große Aufmerksamkeit und Sorgfalt verlangt die Dosierung der Reagenzien. Man nehme nur so viel Reagens, als zur Erreichung des gewünschten Zweckes nötig ist. Vor allem vermeide man einen größeren Überschuß an Säuren und Basen, zumal in der Ammoniumsulfid-Gruppe, bei deren Bearbeitung wiederholt angesäuert und dann wieder alkalisch gemacht werden muß. Sehr empfehlenswert ist es, diese Operationen mit Hilfe von Lackmuspapier zu kontrollieren, von dem man ein kleines Stückchen unmittelbar in die Flüssigkeit wirft.

Der Analytiker kann die Dauer einer Analyse durch sachgemäße Arbeitsdisposition sehr abkürzen. So fälle man schon während der Untersuchung des Chlorwasserstoff-Niederschlages auf Silber, Blei und Quecksilber das Filtrat mit Schwefelwasserstoffgas, prüfe während der Untersuchung dieses Niederschlages das Filtrat mit Ammoniumsulfid, und so fort. Namentlich sind längere Filtrationen, Auswaschungen und das Eindampfen von Lösungen stets als Nebenarbeit auszuführen. Dringend sei ferner davor gewarnt, zu viel Substanz in Arbeit zu nehmen. Die analytischen Reaktionen sind meist so empfindlich, daß man mit sehr wenig Substanz auskommt und nur in ganz besonderen Fällen, in denen es sich um den Nachweis sehr geringer Beimengungen handelt, größere Proben in Arbeit nehmen muß. Eine unnötig große Substanzmenge in Arbeit zu nehmen, verzögert die gesamte Analyse, ohne Vorteil zu bringen.

Die zur Analyse vorliegende Substanz-Probe wird, um Veränderungen zu vermeiden, zweckmäßig in einem verschlossenen Gläschen aufbewahrt.

Schließlich sei darauf hingewiesen, daß die im folgenden möglichst eingehend beschriebenen Methoden vielfacher Abänderung fähig sind. Solche wird aber nur der Geübte vornehmen dürfen. Das erste Bestreben eines angehenden Analytikers muß sein, einen Gang, diesen aber sicher, zu beherrschen. Erst dann darf er sich Abweichungen erlauben.

Analytische Operationen

Im folgenden seien einige, in der qualitativen Analyse häufig vorkommende Operationen kurz beschrieben.

Fällen: Fällungen werden in Probiergläsern, in Bechergläsern oder in Erlenmeyer-Kölbchen (Fig. 1 a), seltener in Porzellanschalen ausgeführt, dagegen nicht in bauchigen Kochflaschen (Fig. 1 b), weil man aus ihnen den Niederschlag weniger leicht herausspülen kann. Sehr bequem sind weithalsige Erlenmeyer-Kolben.

Zu Fällungen mit Schwefelwasserstoffgas braucht man einen Erlenmeyer-Kolben von etwa 200 cm³ Inhalt, der mit einem Gummistopfen verschlossen werden kann; durch den Gummistopfen führt ein rechtwinklig gebogenes Einleitungsrohr luftdicht hindurch (Fig. 2).

Fig. 1 a.

Fig. 1 b.

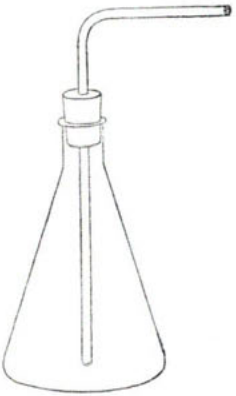

Fig. 2.

Beim Gebrauche leitet man durch das Einleitungsrohr zunächst einige Augenblicke einen kräftigen Schwefelwasserstoffstrom durch die im Kolben befindliche Lösung, ehe man den Stopfen fest aufsetzt, damit die über der Lösung stehende Luft durch Schwefelwasserstoffgas ersetzt werde. Wird der Stopfen nun fest eingedrückt, so tritt, auch bei voll geöffnetem Hahne, nur so viel Schwefelwasserstoffgas in Blasen in den Kolben, als zur Umsetzung verbraucht wird. Beim Umschütteln folgen die Blasen, wie man an der Waschflasche erkennt, in kürzeren Zwischenräumen, weil die Absorption des Gases jetzt schneller vor sich geht. Man erkennt das Ende der Umsetzung daran, daß auch beim Umschütteln keine Blasen mehr durch die in der Waschflasche befindliche Flüssigkeit aufsteigen. Die Fällung wird durch erhöhte Temperatur beschleunigt.