

TABELLEN
ZUR
CHEMISCHEN ANALYSE

HERAUSGEBEN

VON

OTTO WALLACH,

PROF. AN D. UNIVERSITÄT BONN.

ZWEITER THEIL:

METHODEN ZUR AUFFINDUNG UND TRENNUNG DER ELEMENTE.

ZWEITE AUFLAGE VON „HÜLFSTABELLEN FÜR DEN CHEMISCH-ANALYTISCHEN UNTERRICHT“.

BONN,
EDUARD WEBER'S VERLAG
(GULIUS FLITNER).
1880.

Das Recht der Uebersetzung behält sich der Verfasser vor.

Vorwort.

Der zweite Theil vorliegender Tabellen ist im Lauf der Jahre entstanden, während welcher ich mit der Leitung des analytischen Unterrichtes im hiesigen chemischen Institut beauftragt war. Bei Fertigstellung der ersten Auflage¹⁾ zum Druck habe ich mich der werthvollen Mitwirkung der Herren Assistenten DrDr. Bernthsen, Klinger, Wachendorff zu erfreuen gehabt, welchen ich dafür besonderen Dank schulde. Nicht minder bin ich Herrn Geh. Reg.-Rath Kekulé für seine rathende Beihilfe verpflichtet.

Ihrem Wesen nach sollen diese Tabellen dem Lernenden nicht ein mechanisches Schema für die Ausführung der Analysen, sondern vielmehr eine Anleitung zum Verständniß der analytischen Methoden an die Hand geben. Desshalb wurde in erster Linie darauf gesehen, dass die Tabellen nicht zum gedankenlosen Arbeiten verleiten, sondern im Gegentheil, schon den ersten Anfänger dazu anregen, sich der Gründe bewusst zu werden, welche dazu veranlassen, eine bestimmte analytische Methode einzuschlagen.

¹⁾ Erschienen unter dem Titel: „Aufsichtabellen für den chemisch-analytischen Unterricht“.

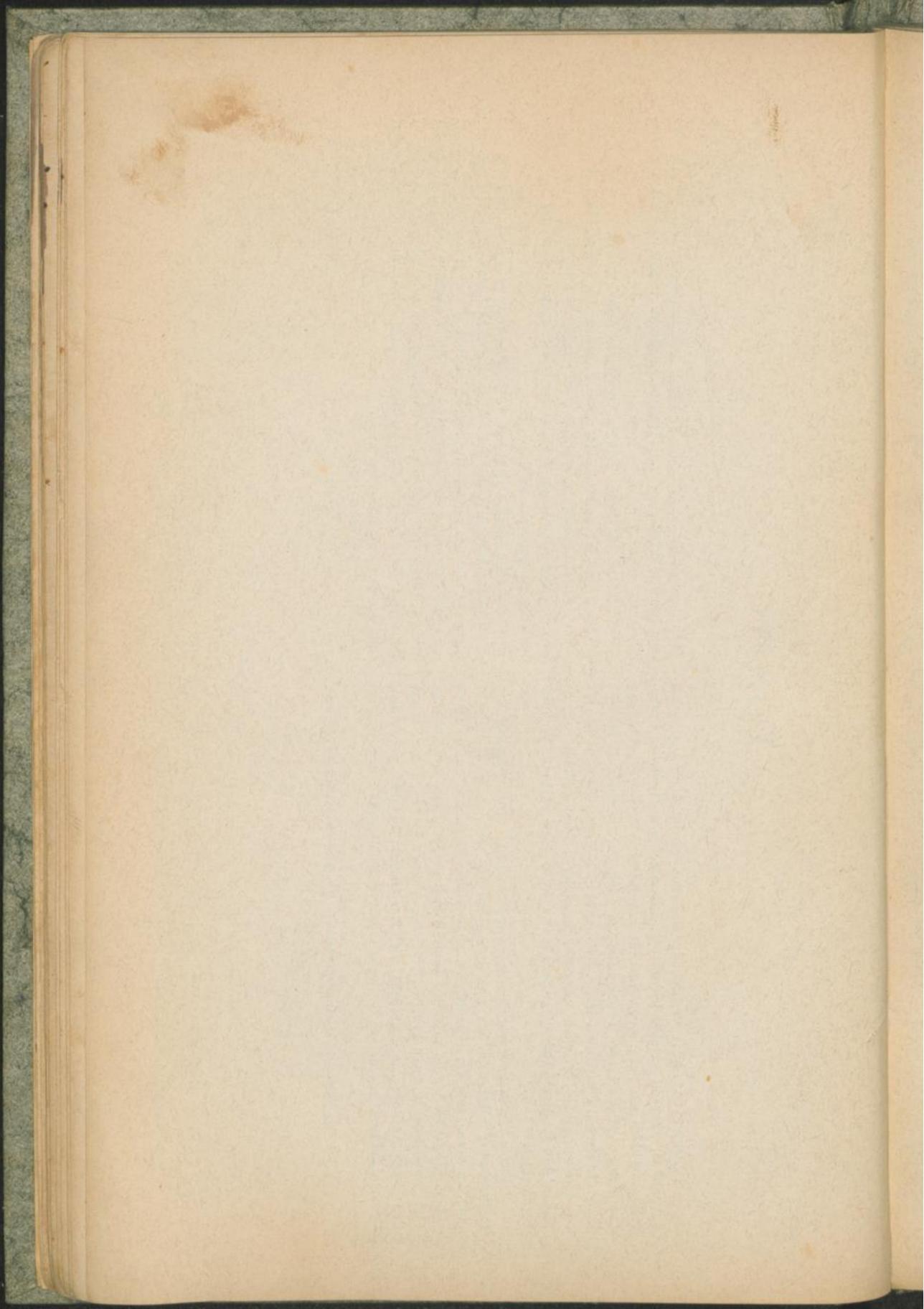
Eben deshalb ist auch Bedacht darauf genommen worden, für die verschiedenen analytischen Trennungen möglichst Parallelmethoden aufzuführen.

Die auf die letzten Punkte verwandte Aufmerksamkeit (vergl. z. B. Tabelle I und X) unterscheidet diese Tabellen von schon bekannten und wird vielleicht genügend sein, die Vorurtheile zu benehmen, welche einer tabellarischen Anordnung des Unterrichtsstoffs sonst wohl mit Recht wider entgegengebracht werden.

Der dem zweiten jetzt neu beigegebene erste Theil bezweckt eine möglichst gedrungene Uebersicht über die wichtigsten Eigenschaften der Elemente und das Verhalten ihrer Verbindungen zu verschaffen und ist bei seiner Fertigstellung die Tabellenform vielfach gewählt worden, um Aehnlichkeiten und Verschiedenheiten analytisch sich nah stehender Körper auf den ersten Blick hervortreten zu lassen, ein Vortheil, der in Textbüchern nicht leicht erreicht werden kann.

Bonn, im März 1880.

O. Wallach.



Inhaltsverzeichnis.

| | | | |
|--------------|--|---------------|--|
| Tabelle I: | Vorbemerkungen zum Verständniß des Analysenganges und des Gebrauchs der Tabellen. | Tabelle VIII: | In Schwefelalkalien löslicher Theil des Schwefelwasserstoff-Niederschlags. Trennung der Elemente As, Sb, Sn von einander. |
| Tabelle II: | Prüfungen auf trockenem Wege. A. Flammenfärbungen. — Verhalten der Metallverbindungen zu Phosphorsalz und Borax. | Tabelle IX: | In Schwefelalkalien unlöslicher Theil des Schwefelwasserstoff-Niederschlags. Trennung der Metalle Hg, Pb, Ag, Bi, Cu, Cd von einander. |
| Tabelle III: | Prüfungen auf trockenem Wege. B. Verhalten der Substanzen für sich gegen höhere Temperatur. — Verhalten der Substanzen gegen Reagentien auf Kohle vor dem Lötbrohr. | Tabelle X: | Vorbemerkungen zum Verständniß der Verarbeitung der Lösung, welche Metalle der Schwefelammoniumgruppe enthält. |
| Tabelle IV: | Prüfung der Substanzen auf Entwicklung von Gasen oder Dämpfen: 1) beim Erhitzen für sich, 2) beim Erhitzen mit conc. Schwefelsäure, 3) beim Erhitzen mit Chlorwasserstoffsäure. | Tabelle XI: | Verarbeitung des durch Schwefelammonium erhaltenen Niederschlags. Trennung von Ni und Co. |
| Tabelle V: | Aufschliessung der Verbindungen, d. h. Ueberführung unlöslicher in lösliche. | Tabelle XII: | Methoden, welche zur Trennung der Elemente Al, Cr, Fe, Zn, Mn dienen, bei Abwesenheit von Phosphaten und Oxalaten. |
| Tabelle VI: | Eindichtung der Metalle nach ihrem Verhalten gegen Gruppenreagentien. | Tabelle XIII: | Methoden, welche zur Trennung der Elemente Al, Cr, Fe, Zn, Mn dienen, bei Anwesenheit von Phosphaten und Oxalaten. |
| Tabelle VII: | Niederschlag durch Schwefelwasserstoff in saurer Lösung. Trennung des As, Sb, Sn von Hg, Pb, Ag, Bi, Cu, Cd. | Tabelle XIV: | Verarbeitung des durch Ammoniumcarbonat erhaltenen Niederschlags. Trennung von Ba, Sr, Ca. |
| | | Tabelle XV: | Trennung des Magnesiums von den Alkalien. Nachweis von Kalium, Natrium, Lithium. |
| | | Tabelle XVI: | Aufscheidung der Säuren. |

Vorbemerkungen.

Die qualitative Analyse hat die Aufgabe festzustellen, welche Elemente eine gegebene Substanz enthält und ferner, in welcher Form die verschiedenen Elemente vorhanden sind, d. h. sie hat Antwort auf die Frage zu geben: was ein vorliegender Körper ist. Dieser Zweck kann erreicht werden, indem man von einer Substanz nach einander feststellt: 1) ihre physikalischen Eigenschaften, 2) ihr Verhalten gegen Reagentien, welche letztere a) entweder trocken auf die trockne Substanz (Analyse auf trockenem Wege) oder b) in Lösung (Analyse auf nassem Wege) in Anwendung kommen. Die Beachtung der physikalischen Eigenschaften (metallisches oder nicht-metallisches Aussehen, Verhalten bei erhöhter Temperatur, Feuerbeständigkeit, Zeretzlichkeit, Flüchtigkeit) ebenso wie die eigentümlichen Reaktionen auf trockenem Wege (Flammenfärbung, Verhalten vor dem Lötlrohr gegen Phosphorsalz, Borax, Soda und Cyankalium u. s. f. cf. Tab. II u. III) und andere sog. "Vorbemerkungen" (cf. namentlich Tab. IV), sind nie nebenstächlich, sondern gehen oft verthvollend, ja entscheidenden Anhalt über die Natur der zu untersuchenden Substanz und sind deshalb sorgsam auszuföhren.

Nach ihnen folgt die systematische Behandlung der gelösten Substanz nach Tab. VI—XVI. Liefert eine Flüssigkeit zur Untersuchung vor, so wird ein Theil derselben bei einer dem Siedepunkt des Wassers nicht übersteigenden Temperatur zur Trockne gedampft, mit dem Trocken-Rückstand die "Vorbemerkung" vorgenommen, die Flüssigkeit selbst auf ihre (saure, alkalische oder neutrale) Reaction mit Lackmuspapier geprüft und dann der Analyse nach Tab. VI—XVI unterworfen. (Die Anwesenheit organischer Substanzen ist nach Tab. V festzustellen.)

Hat man eine feste Substanz im Analysiren, so werden die "Vorbemerkungen" direct angestellt, zum Zweck weiterer Untersuchung aber die Substanz der Einwirkung von Lösungsmitteln unterworfen.

Eine einheitliche Substanz kann löslich sein in H_2O , HCl , NO_3H , Königswasser, Alkalien. Man versucht damit die Auflosung in dieser Reihenfolge. Dabei kommen folgende Gesichtspunkte in Betracht:

1) Löst man eine Substanz in Wasser, so kann der Fall eintreten, dass sie sich in wenig H_2O klar löst, beim Hinzufügen von mehr H_2O aber ein Theil des gelösten sich wieder ausfällt. Ein Zusatz von Säure löst starr so entstandenen Niederschlag (zwei Entzehen deutet auf H_2S oder As_2S_3) leicht wieder auf.

2) Beim Lösen einer Substanz in Chlorwasserstoffsäure können besondere Erscheinungen eintreten, welche über die Natur der Substanz Licht verbreiten. Die schönsten Beobachtungen lassen sich in HCl und geben entsprechende Cl_2 -Verbindungen, welche unter Bildung von H_2 . Sehr öfters Metallverbindungen (Copperoxyd, Kupfer) aber meistens gleichzeitig Cl aus der HCl frei, während freie $Metalloxyde$, die Cl demselben Molekül, zur Entwicklung von H Veranlassung geben. Einige Verbindungen werden durch HCl gasförmig angetrieben (cf. Tab. IV, 3).

3) Die Solpeterprobe, wo sie im Gegensatz zu H_2O und HCl löst, wirkt als Oxydationsmittel und wird selbst im Oxyden des N reduziert, die bei der Operation als braunrothe Dämpfe in die Luft entweichen. In diesem Sinne löst NO_3H Pb , Ag , Cu , As , Sb , As , Metallverbindungen u. s. Körper, welche von HCl gar nicht angegriffen werden. In manchen Fällen verunreinigt, namentlich süsse NO_3H Veränderungen in saurer oder gar nicht direct lösliche Körper (80-Verbindungen geben: SnO_2 , 80_2 -Verb. geben: 80_2O_3 , PN_3 gibt: 80_2P_2 , As_2O_3 , N -Verbindungen scheiden selbst von NO_3 geben unedliches: As_2O_3 , $28uO_2$, N -Verbindungen scheiden gegen schwer oxydierbaren N in gelbem Trophen mit Zn -Verbindungen $3F_2$. Unter Umständen fallen aus salpeters. Lös. auch in conc. NO_3H schwerlösliche salpeters. Salze aus (z. B. $Pb(NO_3)_2$), diese lösen sich dann auf Zusatz von H_2O .

4) Königswasser (Gemisch von 3 vol. HCl + 1 vol. NO_3H) wirkt energisch, weil dies Gemisch Cl enthält ($6HCl + 2NO_3H = 2NO_2 + 4H_2O + 2Cl_2$) und Cl die meisten Elemente mit bedeutender Energie angreift.

5) Lösung von Alkalien können als Lösungsmittel für feste Substanzen höchstens bei der Fällung auf Säuren in Anwendung. Dazwischen liegt jedoch oben viele

ist nicht "Königswasser" genannt, weil dieselben Versuche vorzuziehen, die auch unterbleiben können, sondern weil sie zweckmäßig die Fällungen auf anderem Wege hergestellt werden.

Tabelle I.

in Säuren schwer lösliche Körper von saurem Charakter (z. B. As_2O_3 ; 80_2O_3 ; 80_2O_2 ; 80_2O ; 80_2 ; 80_2) und manche Salze (z. B. 80_2P_2 , CrO_3 , CrO_2 , 80_2).

6) Das in dem Lösungsmittel 1—4 unlösliche Körper macht man zur Analyse auf nassem Wege nach Tab. V löslich.

Hat man es mit einem Gemenge zu thun, so ist es nur möglich, die einzelnen Bestandtheile eines solchen zu ermitteln, wenn man die oben genannten Lösungsmittel nach einander in Anwendung bringt, also die Substanzprobe erst mit H_2O versetzt und die in H_2O löslichen Bestandtheile für sich untersucht, dann mit HCl zu ihnen versetzt u. s. f.

Ein Beispiel wird dem Vorstehenden Verfahren am besten erläutern. Gemäß so löst ein Substanz vor, die Cu , Pb , 80 , S enthält, so fragt es sich: wie sind diese Elemente gebildet? Hätten wir a) $80_2Cu + PbO$, so würde H_2O alles 80_2Cu dem Gemenge entziehen. b) $CuO + PbS$ (Mineral) so würde H_2O nichts lösen. HCl löst Cu als $CuCl_2$ entziehen, c) metall. $Cu + 80_2P_2$, so würde weder H_2O noch HCl einwirken. NO_3H würde weiter NO_3P_2 u. s. f. lösen. d) $80_2Cu + PbO$, so würde H_2O das Kupfersalz lösen, dann HCl mit dem Rückstand Cl entwickeln u. s. f.

Da manche Reagentien, namentlich die oxydierend und reducierend wirkenden (sei es, dass sie als Lösungsmittel oder im Lauf der Untersuchung zur Verwendung kommen) die ursprüngliche vorliegende Substanz tiefgreifend zu verändern vermögen (z. B. Ferro-Verb. in Ferro-Verb. und umgekehrt; CrO_3 , H_2 in Cr_2O_3 , u. s. f.), so darf nie die Gesamtlösung der Analysesubstanz auf einmal in Arbeit genommen werden, sondern es wird stets ohne entsprechende Probe zurückgestellt, um in den Fällen, in welchen die Vorprüfung darüber keine Entscheidung gab, am Schluss der Analyse durch besondere Versuche festzustellen, in welcher Form ein gefundenes Element vorhanden war. Eine Theilung des Untersuchungsmaterials ist aber nicht durchführbar, wenn man sich nicht die Vorsichtsmaßregeln (z. B. die Vorsichtsmaßregeln Tab. II—IV), die Untersuchung auf Ionen (Tab. VI—XV) und die specielle Prüfung auf Säuren (Tab. XVI) in getrennten Parthien ausgeführt wird und zwar aus Zweckmäßigkeitsgründen in der genannten Reihenfolge.

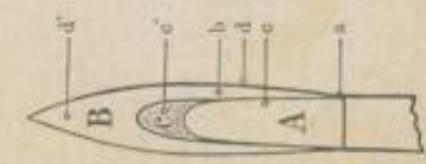
Als besondere Fingerzeige für die Ausführung der Analysen dienen noch Folgendes:

Die Gruppenreaktionen lässt man in der Reihenfolge auf die größten Massen einwirken, welche die Tabelle VI angiebt. Vor Anwendung eines zweiten Reagens wird der durch das erste entstandene Niederschlag abfiltrirt; der Rückstand auf dem Filter wird erst mit H_2O ausgewaschen (das Waschwasser werden fortgewaschen), das Filtrat aber weiter verarbeitet, nachdem man sich durch Ausdampfen einer Probe auf Platinschmelze überzeugt hat, dass es überhaupt noch nicht flüchtige Bestandtheile enthält. — Ehe man die Gesamtlösung mit einem Reagent vermischt, überlegt man sich gleichfalls mit einer Probe zu ermitteln, ob das Reagen überhaupt einen Niederschlag erzeugt. Entsteht kein Niederschlag, so geht man zum folgenden Reagens über, entsteht ein Niederschlag, so versetzt man es langs tropfenweise mit dem betreffenden Reagen zu, als etwas gefüllt wird. Man versetzt dabei jedesmal mit unedigen Reagen, denn ein solcher erschwert die Durchsicht und ist oft sogar schädlich. Dasselbe gilt für die Anwendung eines Lösungsmittels z. B. kündigt Cl_2 -Niederschlag von NO_3H oder Königswasser die Auflösung von Metallen durch 80_2 , weil letzteres ansetzt wird, NO_3H löst u. s. f.; ist ein Ueberschuss letzterer von vorhanden nicht zu vermeiden, so muss die überschüssige Säure vor Beginn der Untersuchung entfernt werden, so dass die Flüssigkeit mit H_2O versetzt werden. — Die erhaltenen Niederschläge werden nach den in den Tabellen näher angegebenen Prinzipien verarbeitet. Man bestrebt sich als damit die Anwesenheit eines Elements durch das kleine Entzehen eines bestimmten Niederschlags nachzuweisen, sondern mehr zur Gewissheit mit diesem Niederschlag noch mehrere für das vermutete Element charakteristische Reactionen.

Man mache sich von Anfang an der Analyse genauere Notizen über die gemachten Beobachtungen, um keinen Irrthümern zu unterliegen und nicht durch Vergessen beschwerlicher Einzelheiten die Errichtung eines Invenlars zu erschweren. Man verzeichne ferner alle Niederschläge und Flüssigkeiten, die während der Analyse resultieren, so genau durch Aufschreiben zu bezeichnen, dass der Uebersicht derselben auch nach längerer Zeitverstrichung der Arbeit sofort erkennbar ist.

Man führe endlich und vor allem Dingen keine Operation aus ohne sich der Gründe für dieselbe bewusst zu werden, denn der Zweck dieser Tabellen ist nicht der dem mechanischen Arbeiten, sondern dem Nachdenken eine Stütze zu sein.

Theile der Flamme.



A, Dunkler Gaskegel, (ic-
tränge v. Luft u. Leucht-
gas).

B+C, Flammenmantel.

C, Leuchtende Spitze.

a, Flammenbasis,
(niedrigste Temperatur).

b, Schmelzraum,
(höchste Temperatur)

c, unterer } Reductions-
e, oberer } raum.

d, unterer } Oxydations-
d', oberer } raum.

Flammenfärbungen.

Manche Körper, in eine nicht leuchtende Flamme gebracht, theilen derselben eine charakteristische Färbung mit. Nicht alle Verbindungen der Elemente sind gleich gut für diese Versuche geeignet. Die schwefelsauren Erden z. B. sind wenig brauchbar, fast durchgängig am besten eignen sich die Chlorverbindungen. Die Reactionen werden daher mit diesen angestellt oder mit anderen Salzen nach Zusatz von etwas $AgCl$, oder es wird die Probe mit trockener Substanz vorgenommen, welche an einem mit etwas HCl befeuchteten dünnen Platindraht befestigt wird. Um Gemische von Elementen, welche die Flamme färben, sehen einander zu erkennen, bedient man sich des Spectroscops, in einzelnen Fällen noch gefärbter Gläser oder eines Indigopräparats. Färbungen theilen:

| Gelb | Rothgelb | Roth | Violett | Grün | Gelbgrün | Blau |
|--|----------|------------------------|---------|--|----------|---|
| Natrium ¹⁾ 1) HgI_2 , oder Cr_2O_3, K_2 erschei- nen im Licht die- ser Flamme farb- los. | Calcium. | Strontium, Lithium. | Kalium. | Kupferoxyd, Borsäure ²⁾ , Phosphorsäure ²⁾ . | Baryum. | Chlorpuffer, Blei, Arsen, Antimon. |

²⁾ Die Salze sind mit SO_2, H_2 zu befeuchten.

Verhalten der Metalloxyde zu Phosphorsalz und Borax.

Manche Metalloxyde lösen sich mit charakteristischer Farbe in Glasflüssen. Letztere werden hergestellt, indem man Phosphorsalz oder Borax am Oehr eines dünnen glühenden Platindrahts befestigt und das Aufschmelzen in einem Glas schmelzt. An der so entstehenden, durchsichtigen, dickflüssigen Schmelze wird eine kleine Substanzprobe zugesetzt, und diese nur nach einander in der Oxydations- und Reductionsflamme einer Lampe oder eines Löthrohrs behandelt. Reductionsrechnungen treten meist leichter mit Phosphorsalz ein, namentlich auf Zusatz von Sn [z. B. $2PO_3, Cu, Na + Sn = (PO_3)_2, Na, Sn + Cu_2$]. Von Einfluss auf die Farbe der Gläser kann ihr Sättigungsgrad und ihre Temperatur sein. (Es bedeutet im Folgenden: h. = heiß; k. = kalt; st. g. = stark gesättigt.)

(Die Anwendung von Phosphorsalz und Borax beruht darauf, dass Phosphorsalz $(PO_3, Na, NH_3, + 4H_2O)$ beim Erhitzen Wasser und Ammoniak verliert und zu PO_3, Na wird, welches alle Metalloxyde $(SiO_2$ ausgenommen) klar löst (z. B. $PO_3, Na + CuO = PO_3, Cu, Na$). — Borax $(B_2O_3, Na_2 + 10H_2O)$ verhält sich ähnlich, bei der Wasserabgabe blüht er sich stark auf; das geschmolzene Salz wirkt dadurch, dass die Borsäure in der Glühhitze andere Säuren antreibt und mit Metallen schmelzbare Verbindungen giebt, die mit borsaurem Natrium besonders leicht schmelzbar Doppelsalze liefern, z. B. $B_2O_3, Na_2 + CuO = [(BO_3)_2, Na, Cu + 2B_2O_3, Na_2]$.

| Farbe der Probe. | Mit Phosphorsalz in der Oxydationsflamme | | Mit Borax in der Oxydationsflamme | |
|------------------|---|--|---|---|
| | Co, Cu (k.) | Co, Cr. | Co, Cu (k.) | Co, Cr, Fe. |
| Blau | Co, Cu (k.) | Co. | Co, Cu (k.) | Co. |
| Grün | Cr, Cu (h.), Fe (Co- u. Cu-haltig). | Cr. | Cr, Cu (h.) | Cr, Fe. |
| Violett | Mn. | | Mn, Co-haltiges Ni. | |
| Roth | Fe (h. st. g.), Ni (h.), u. Cu-haltig. | Fe (h.), Cu (k. st. g. auf Zusatz von Sn). | Fe (h.), Ni (h.) roth- braun). | Cu (k. st. g. undurch- sichtig). |
| Gelb | Fe (h.), Ag (h.), Ni (k.). | Fe (h.). | Fe (h.), Pb, Bi, Sb (h. st. g.). | |
| Grau | | Ag, Pb, Bi, Sb, Cd, Zn, Ni. | | Ag, Pb, Bi, Sb, Cd, Zn, Ni. |
| Farblos | SiO_2 (gibt Skelett), Alkalien, Erden, Hg, Pb, Bi, Sb, Cd, Zn, Sn. | SiO_2 (gibt Skelett), Alkalien, Erden, Mn, Sn. | SiO_2 (ohne Skelett), Alkalien, Erden, Hg, Ag, Pb, Bi, Sb, Cd, Zn, Sn. | SiO_2 (ohne Skelett), Alkalien, Erden, Sn, Mn, Cu (h.). |

Tabelle IV.

Es entwickeln sich Gase oder Dämpfe mit einer Probe der trocknen Substanz:

| | Gefärbte. | Farblose, riechende. | Farblose, geruchlose. |
|---|--|--|---|
| I. Beim Erhitzen für sich im Glasrohr. | braunroth: N_2O_5 , (aus sublimierten u. sublimierten Salzen). violett: J (beim Erhitzen von freiem Jod und einigen Jodsäuren Salzen), färbt Stärke blau. | SO_2^2 , (aus einigen schwefelsäuren und polythion-säuren Salzen), kenntlich am Geruch. $(CN)_2$, (aus manchen Cyanverbindungen), brennt violett. SH_2 , (aus einigen Sulfiden), schwärzt Bleipapier. NH_3 , (aus Ammoniumsalzen, alkalischen CN-Verbindungen und einigen N-haltigen organischen Verbindungen), blickt rothtes Laccuspapier; bildet mit flüchtigen Säuren Nebel. 1) SO_2 lieft beim Erhitzen, wenn genügend atmosphärischer O zugegen ist, fast alle S-haltigen Verbindungen (namentlich Mineralien). Um diese Verbindungen herzustellen, brennt man sich zum Erhitzen der Probe eines engen, sehr geringhaltigen, an beiden Seiten offenen Glasrohrs. | O , (aus chlorösen, bromösen, jodsäuren, chromösen Salzen, aus Superoxyden u. dem Oxyden einiger schwerer Metalle, wie HgO , AgO), unterhält die Verbrennung lebhaft. CO_2 , (aus kohlensäuren u. azidösen Salzen), fällt Kalk- und Baryt-Lösungen, unterhält die Verbrennung nicht. CO , (aus oxalösen Salzen), brennt bläulich, wird von ammoniakalischer $CaCl_2$ -Lösung absorbiert. H_2O , (setzt sich an dem kälteren Theile des Gefäßes in Tropfen ab). NO , (aus Ammoniumnitrat) unterhält die Verbrennung wie O . |
| II. Bei schwachem Erhitzen mit dem 3-fachen Volum conc. Schwefelsäure oder mit dem gleichen Volum $SO_2, K.H.$ | braunroth: N_2O_5, N_2O, N_2O_4 , (aus sublimierten Salzen). Br , (aus Bromverbindungen), färbt Stärke gelb. gelbgrün: Cl (aus unterchlorigen Salzen), entfärbt Indigo. Cl_2O , (aus chlorösen Salzen), explosibel; die ursprüngliche Verbindung verpufft auf Kohle erhitzt. violett: J (aus jodwasserstoff-säuren Salzen und anderen Jodverbindungen; aus Jod-säure aber erst nach Zusatz v. etwas festem SO_2, Fe); s. o. roth: CrO_2Cl_2 , (aus Gemengen von chromösen Salzen) mit Chlorometallen). | HCl , (aus Chloratiden), fällt NO_2, Ag -Lösung käsig wasser; giebt mit NH_3 Nebel. HBr , (aus Bromatiden, gemengt mit Br). HFI , (aus Fluorid), brennt Glas. CNH_3 , (aus Cyanid), brennbar. $CNOH$, reist in Theilen, trübt Kalkwasser. NO, H_2 , (aus anhydri. Salzen), giebt auf Zusatz von SO_2, Fe oder von Os braunroth Dämpfe. SiH_4 , (aus Sulfiden), wird z. Th. unter S -Abscheidung zerstört. SO_2, Fe , (aus schwefl. u. polythion-säuren Salzen). C, H, O_2 , (aus essigs. Salzen), giebt mit Alkohol und conc. SO_2, H_2 Essigäther. 2) Namentlich bei zu starkem Erhitzen kann die angemessene Schwefelsäure bei Gegenwart ein-siger Körper (z. B. Jodalkalien, Schwefelammonium, Metallen) SO_2 liefern. | O , (aus chlorösen u. überoxydösen Salzen und aus Superoxyden). CO_2 , (aus kohlensäuren und oxalösen Salzen). CO , (aus azidösen, arsenösen, blausäuren, ferro- und ferricyanwasserstoff-säuren Salzen). O_2 , (aus dem Superoxyden der leichteren Me-talle). CO_2 , (aus deren Salzen, schon mit sehr verd. Säure in der Kälte). H_2 , (aus allen in HCl löslichen Metallen). |
| III. Beim Erhitzen mit Salzsäure. | braunroth: N_2O_5 , (aus sublimierten Salzen). gelbgrün: Cl (mit unterchlorigen u. chlorösen Salzen; mit Superoxyden der schweren Metalle; mit eini-gen Metalloxyden, MnO_2, H_2CrO_4 , u. s. f.; mit anhy-drierten Salzen). | CNH_3 , $CNOH$, SH_2 , SO_2 , aus dem entsprechenden Salzen schon mit verd. Säure in der Kälte. | |

Handwritten note: Man muss die Probe in einem Glasrohr erhitzen.

Aufschliessung der Verbindungen.

Manche Verbindungen sind in Wasser und Säuren so gut wie unlöslich oder doch so wenig löslich, dass dadurch ihre Untersuchung auf nassem Wege verhindert oder erschwert wird; diese müssen *aufgeschlossen*, d. h. *löslich gemacht werden*. Zu diesen Verbindungen gehören u. A.: die Sulfate von Ba, Sr, Ca; $PbCl_2$, $AgCl$; die Anhydride SiO_2 , SnO_2 , Sb_2O_3 , SnO_2 ; viele Silicate, Aluminate, Phosphate, Fluoride, Arseniate, Chromate, Chromite, manche schwefelhaltige Mineralien, einige (seltene) Metalle, Kohlenstoff.

Welche Gruppe von unlöslichen Verbindungen zum Aufschliessen vorliegt, ist durch die Prüfungen Tabelle I—IV festzustellen, je nach deren Resultat eine der folgenden Methoden zum Aufschliessen gewählt wird. Vorher wird jedoch die anzuschliessende Substanz stets *sehr fein gepulvert* und ihre direct föhlichen Bestandtheile werden durch Ausziehen mit Wasser und Säuren entfernt *und für sich untersucht*.

Einige *organische Verbindungen* (z. B. Cyannmetalle, Ferro- und ferricyanwasserstoffsaure Salze, Salze der Weinsäure und Citronensäure u. s. f.) sind zwar in Wasser leicht löslich, lassen sich aber nicht nach dem vorgeschriebenen Analysengang untersuchen, weil die charakteristischen Reactionen der in ihnen enthaltenen Elemente in Folge der Anwesenheit organischer Materien oft ganz ausfallen. Solche Verbindungen sind durch Behandlung nach g oder h für die Analyse vorzubereiten.

Es werden aufgeschlossen: 1)

| | | |
|---|---|---|
| <p><i>Durch</i> Zusammenschmelzen eines geringen Gewichts der Substanz mit 3—4 Th. kohlen- satron-kali.</p> | <p><i>Sulfate</i> (von Ba, Sr, Ca, Pb). <i>Silikate</i> und Kieselsäure. <i>Chloride, Fluoride, Phosphate, Anhydride</i> u. s. w. <i>Silikate, die auf Alkalien geprüft werden sollen.</i></p> | <p>Nach dem Schmelzen enthält die Masse in H_2O unlösliche Carbonate von Ba, Sr, Ca, Pb u. s. f. und in H_2O lösliche Sulfate und Carbonate der Alkalien; sie wird mit H_2O ausgeschwätzt und der sehr gut ausgeglichene Rückstand in HCl (oder NO_2H) gelöst und wie gewöhnlich untersucht. Das äusserst fein gepulverte Mineral wird etwa $\frac{1}{4}$ Stunde geschmolzen, die Schmelze mit HCl ausgezogen und etwa drei Mal mit conc. HCl zur Trockne eingedampft²⁾, von dem ausgeschwätzten SO_2 abfiltrirt, und das Chloralkali und event. andere Metallechloride enthaltende Filtrat wie gewöhnlich untersucht. Die meisten Verbindungen werden dabei in Carbonate oder Oxyle verwandelt oder bis zu Metall reducirt. Der nach dem Aufschmelzen mit H_2O bleibende Rückstand wird in NO_2H gelöst und weiter untersucht. Aus Anhydriden können sich beim Verschmelzen auch in Wasser lösliche Verbindungen bilden. Die Schmelze wird in HCl gelöst, durch wiederholtes Eindampfen mit HCl das SO_2 unlöslich abgeschieden³⁾, aus dem Filtrat das Ba durch $CO_2(NH_4)_2$ ausgefällt, die Flüssigkeit auf Alkalien geprüft.</p> |
| <p><i>Durch Zusammenschmelzen mit Aetzbaryl.</i></p> | <p><i>Chromate, Manganate.</i></p> | <p>Das SO_2, HCl versetzt sich in der Glühhitze unter Abgabe von SO_2, wobei es Cr, Al, Fe u. s. w. angiebt und in Sulfate verwandelt.</p> |
| <p><i>Durch Zusammenschmelzen mit saurem schwefels. Kalium.</i></p> | <p><i>Chromate</i> (namentlich Chromsäure- stein).</p> | <p>Das zunächst grob gepulverte Mineral wird erst für sich kurze Zeit stark geblüht, dann so fein wie irgend möglich gepulvert und mit calcinirter Soda geschmolzen, zuletzt der Schmelze etwas NO_2K hinzugefügt⁴⁾.</p> |
| <p><i>Durch Erwärmen mit Fluorwasserstoffsäure (oder $CaF_2 + SO_2H_2$).</i></p> | <p><i>Silikate.</i></p> | <p>Alles Si geht in flüchtiges SiF_4 über, die gleichzeitig entstehenden Fluoride der vorher an SO_2 gebundenen Metalle werden durch Einleiten von SO_2, H_2 in Sulfate verwandelt und dann untersucht.</p> |
| <p><i>Durch Erhitzen im trocknen Chlorstrom.</i></p> | <p><i>Metallsulfide</i>¹⁾ (z. B. Zinn- und andere Mineralien).</p> | <p>Man erwärmt die in einem Kugelrohr befindliche Substanz im Cl-Strom. Es entwickeln dabei als Chloride S, Sb, As, Hg und ein Theil des Fe; diese werden in H_2O oder HCl aufgefangan und wie gewöhnlich nachgewiesen. Im Kugelrohr bleiben die Chloride von Ag, Pb, Cu, Zn, Fe.</p> |
| <p><i>Durch Erhitzen mit conc. Schwefelsäure.</i></p> | <p><i>Fluoride.</i></p> | <p>Diese werden in Chloride übergeführt (z. B. die in den Tabellen sonst nicht berücksichtigten Platin-Metalle).</p> |
| <p><i>Durch Glühen.</i></p> | <p><i>Organische Verbindungen.</i></p> | <p>Das Filtrat entwickelt als FH_3 im Rückstand bleiben Metallsulfate. Die Operation muss im geschlossenen Glasrohr ausgeführt werden bei einer Temperatur von ca. 200°.</p> |
| <p><i>Durch Glühen.</i></p> | <p><i>Organische Verbindungen.</i></p> | <p>Die Metallsalze der organischen Säuren werden durch Glühen zum Theil in kohlensaure Salze, zum Theil in Metalloxyde oder Metalle, also in Säuren lösliche Körper verwandelt. — Kohlenstoff wird durch Glühen im O-Stream mit CuO oder CrO_2Pb zu CO_2 verbrannt.</p> |

1) Das Aufschliessen geschieht im Platin- oder Porzellangefäß. Platinschmelze, Platinschmelze, wenn folgende Substanzen zugesetzt sind: Leicht reducibare Metalle (As, Sb, Sn, Pb, Bi, Ag u. s. w.), CuK , Phosphor, Freies Chlor und freier Schwefel. Alkalien, Kohlenstoff.
2) Das widerholte Eindampfen mit HCl bewirkt, das aus dem kohlensauren Alkali durch HCl zunächst abgeschiedene in Säuren lösliche Kieselsäurehydrat in unlösliches Anhydrid überzuführen.
3) Platinschmelze werden dabei etwas zugesetzt. — (Chromsäurestein kann zweckmäßig auch durch Zinnmenschmelzen mit 2 Th. Borax und 3 Th. kohlener Natronkalk als Substitut gemacht werden.)
4) Diese können auch, in H_2O suspendirt, durch Digestion mit $Brom$ aufgeschlossener werden.

Eintheilung der wichtigsten Metalle nach ihrem Verhalten zu den Gruppenreagentien.

| Salzsäure fällt aus sauren ¹⁾ Lösungen | Schwefelwasserstoff fällt aus angesäuerten ²⁾ Lösungen | Schwefelammonium fällt aus dem mit Ammoniak und Salmiak versetzten Lösungen | Ammoniumcarbonat fällt bei Gegenwart von Salmiak | Ammoniumphosphat fällt bei Gegenwart von Ammoniak und Salmiak | Dreh specielle Reagentien werden nachgewiesen: |
|--|--|---|---|---|---|
| Chlorverbindungen: Blei, $PbCl_2$, krystallin, in heissem H_2O löslich. Silber, $AgCl$, käsig, in NH_4OH löslich. Quecksilber (oxydul), Hg_2Cl_2 , pulverig, wird durch NH_4OH schwarz. Silber- u. Quecksilberoxyd- Verbindungen werden durch HCl vollständig gelöst, u. die Chlorverb. können vor- bestimmt mit NH_4 durch Er- hitzen abgetrennt werden. Bei wird dagegen durch HCl nur unvollständig abgetrennt. | Schwefelverbindungen, unlöslich: Quecksilber, Hg_2S , { schwarz, HgS } Silber, Ag_2S , schwarz. Blei, PbS , schwarz. Kupfer, CuS , schwarz. Wismuth, Bi_2S_3 , braun. Cadmium, CdS , gelb. | als Oxid- hydrate: Aluminium, Aluminium, $Al(OH)_3$, weiss. Chrom, $Cr(OH)_3$, blaugrün. Baryum, $(PO_4)_2Ba$, $Ca_2O_2Ba + 4aq$. Strontium, $Ca_2O_2Sr + 4aq$. Calcium, $(PO_4)_2Ca$, $Ca_2O_2Ca + 4aq$. Weiss. | als Carbonate: Baryum, $BaCO_3$, weiss. Strontium, $SrCO_3$, weiss. Calcium, $CaCO_3$, weiss. | als Doppelsalz: Magnesium, $PO_4Mg(NH_4)$ $+ 6H_2O$. | Kalium, Natrium, Lithium, Ammoniak ³⁾ . |
| 1) Aus ursprüngl. ab- getrennt, kann HCl u. s. in H_2O vollständig lösen (s. B. SO_4Pb , SO_4Ag , SO_4Bi) Silber, terre Oxyde (s. B. PbO), $PbCl_2$ wird sich in Wasser, $PbCl_2$ wird kann, auch Schwefel- wasser (s. B. SO_4Pb) u. terre Schwefel. | 2) In stark selbstver- setzten Lösungen erhalten sich die 1) SO_4Pb , SO_4Ag , SO_4Bi 2) SO_4Pb , SO_4Ag , SO_4Bi 3) SO_4Pb , SO_4Ag , SO_4Bi 4) SO_4Pb , SO_4Ag , SO_4Bi 5) SO_4Pb , SO_4Ag , SO_4Bi 6) SO_4Pb , SO_4Ag , SO_4Bi 7) SO_4Pb , SO_4Ag , SO_4Bi 8) SO_4Pb , SO_4Ag , SO_4Bi 9) SO_4Pb , SO_4Ag , SO_4Bi 10) SO_4Pb , SO_4Ag , SO_4Bi | 3) Die Prüfung auf Ammoniak, welche unterhalb im Laufe der Fällung Trübungen auftreten, muss mit der entsprechenden Lösung vorgenommen werden. Diese Probe derselben wird mit NH_4OH über- geben und gelinde erwärmt. Nach dem ab- schrecken Blausäure, von alkalischer Reaction, mit HCl Sättigt (Lithium, NH_4 , Natrium) sehr ge- wöhnlich. NH_4 , SO_4Pb , das Selen- wasser (mit KNO_3 versetzte Lösung von HCl , in H_2O). | Calcium, $(PO_4)_2Ca$, $Ca_2O_2Ca + 4aq$. Weiss. | Calcium, Bismut. | |

Anmerkung: Die mit dem Witz aufgeführten seltenen Elemente finden sich in dem folgenden Theile der gegebenen Trennungsmethoden keine Berücksichtigung. Weiss.

Niederschlag durch Schwefelwasserstoff in schwach saurer erwärmter Lösung.

| | | | | | | | |
|-------------------------------------|--------------|--|--|-----------------------------------|----------------------------------|------|------|
| Dieser Niederschlag kann enthalten: | } die Salze: | Sb ₂ S ₃ , Sb ₂ S ₅ , | Tb ₂ S ₃ , Hf ₂ S ₃ , Zr ₂ S ₃ , | Ag ₂ S ¹⁾ , | Bi ₂ S ₃ , | CuS, | CdS. |
| | | | | | | | |

1) Ist nicht vorhanden, wenn die beim Anlösen der ungelösten Lösung durch Salzsäure entstehende Niederschlag abfiltrirt wurde.
 2) In einige S-Verbindungen der Metalle dieser Gruppe, namentlich Schwefelarsen, sehr löslich in starker HCl auch, darf die mit Sb₂ zu fällende Lösung nicht zu stark sauer sein, sonst fällt die von dem Erhalten des Sb₂ präcipitirt mit Wasser erlöscht werden.

Trennung des As, Sb, Sn von Hg, Pb, Ag, Bi, Cu, Cd.

Berührend darauf, dass die im Säurehydrat analog sich verhaltenden Salze Sb₂S₃, SnS₂ und die Sulfide As₂S₃, Sb₂S₃ mit Schwefelalkalitionen sich in Wasser löslichen Salzen geschwefelter Säuren verhalten:

$Sb_2S_3 + 3K_2S = 2SbS_2K_3$; $Sb_2S_3 + 2K_2S = 2SbSK_2$; $As_2S_3 + 3Na_2S = 2AsS_2Na_3$; $Sb_2S_3 + (NH_4)_2S = SbS_2(NH_4)_2$
 und dass bei Anwendung von Alkohollösungen auch Zinnarsen, ebenso wie As₂S₃ und Sb₂S₃, nach Aufnahme von Schwefel als Sulfid in Lösung geht:
 $Sb_2S_3 + 3K_2S + 2S = 2SbSK_2$; $As_2S_3 + 3Na_2S + 2S = 2AsS_2Na_3$; $Sb_2S_3 + (NH_4)_2S + 2S = SbS_2(NH_4)_2$
 während die Schwefelalkalitionen Hg₂S, Hg₂S, Pb₂S, Ag₂S, Bi₂S₃, CuS auf diese Weise löslichen Verbindungen nicht geben und CdS nur bei Anwendung von Ammoniumpolyphosphat sich in geringer Menge löst.

Ist die Anwesenheit von Kupfer durch Prüfung des Niederschlages mit der Phosphorsalzperle nachgewiesen, so erwärmt man den Gesamtniederschlag gelinde mit Kaliumpolyphosphat, bei Abwesenheit von Kupfer mit Ammoniumpolyphosphat, und filtrirt:

Der Rückstand kann bestehen aus:
 Hg₂S, Pb₂S, Ag₂S, Bi₂S₃, CuS, CdS.
 Er wird nach Tab. IX verarbeitet.

*) In alkalischen Schwefelalkalitionen ist Schwefelkupfer sehr löslich.

Die Lösung kann enthalten: As₂S₃, Sb₂S₃, SnS₂, M₂ (M=K oder NH₄). Sie wird mit Salzsäure schwach angesäuert; dadurch können ausgeschieden werden:
 Schwefel (weiss, milchig), As₂S₃ (gelb), Sb₂S₃ (orange), SnS₂ (gelb),
 $[K_2S_2 + 2HCl = 2KH + H_2S + S]$
 $2AsS_2K_3 + 6HCl = As_2S_3 + 6KCl + 3H_2S$
 $Sb_2S_3 + 2HCl = Sb_2S_3 + 2KCl + H_2S$

Der Niederschlag wird, wenn er nicht aus reinem Schwefel (vermischt mit blauer Flamme ohne Rückstand und vorbereitet dabei Geruch nach SO₂) besteht, nach Tab. VIII behandelt. Von dem dort angegebenen Methoden wählt man je nach dem Resultat der unten folgenden Vorprüfungen Meth. 1 oder 3 bei Abwesenheit von Sb, Meth. 4 bei Abwesenheit von As, Meth. 5 bei Abwesenheit von Sn; doch können, Meth. 5 ausgenommen, in jedem Fall auch die anderen Methoden benutzt werden.

Vorprüfung der durch Säuren aus Schwefelalkalitionen gefällten Schwefelverbindungen auf As, Sb, Sn.

- 1) Prüfung auf Arsen. Eine Probe des Niederschlages wird mit Zink und Kalilauge (in einem als Marsh'scher Apparat dienenden Reagenzglas) gekocht. Das sich entwickelnde Gas (H+AsH₃) schwärzt Silberpapier: Arsen (2AsH₃ + 12NO₂H + 3H₂O = 12NO₂H + As₂O₃ + 12Ag).
- 2) Prüfung auf Antimon. Ein kleiner Theil des Niederschlages wird in heisser Salzsäure unter Hinzufügung von wenig KClO₃ gelöst, das freie Chlor mit der grösseren Theil der HCl verjagt, die rückständigen Flüssigkeit auf Platinblech gebracht und ein Stück Zink in dieselbe gelegt. Schwarzur, in verdünnter NO₂H löslicher Fleck: Antimon.
- 3) Prüfung auf Arsen, Antimon und Zinn. Eine Probe der getrockneten Schwefelalkalitionen wird mit der sechsfachen Menge eines Gemisches von Soda und Cyankalium vor dem Löthrohr auf Kohle geschmolzen. Knoblaugegeruch: Arsen. Sprödes Metallkorn, mit weissem Rauch verbrennend, und weisser Beschlag: Antimon. Graues dunkles Metallkorn, vor dem Löthrohr nicht flüchtig: Zinn.

In Schwefelalkalien löslicher Theil des Schwefelwasserstoff-Niederschlags.

Methode 1. (Beruhend darauf, dass heisse concentrirte Salzsäure As_2S_3 nicht verändert, Sb_2S_3 aber unter Entwicklung von Schwefelwasserstoff und Schwefelabscheidung als Sb_2Cl_3 und Sb_2S_3 als $SbCl_3$ löst.)
 Man kocht die durch Salzsäure gefällten und ausgewaschenen Sulfide so lange mit concentrirter Salzsäure, bis sich kein Schwefelwasserstoff mehr entwickelt, und filtrirt die saure Lösung ab.

Rückstand enthält gelbes **Arsensulfid** und Schwefel.
 Wenn Arsen nicht bei den Vorprüfungen entdeckt wurde, prüft man den Rückstand (nach dem Lösen in HCl und CaO, K und Vorjügen des überschüssigen Chlors) im Apparate von Marsh, oder man fügt zur Lösung desselben in Königswasser NH_4OH , NH_4Cl und $MgCl_2$ Wasser krystallinischer Niederschlag: $AsO, Mg(NH_4)$

Methode 2. (Die Alkalien der Theilduren AsS, H_2, SbS, H_2 und SbS, H_2 (beziehungsweise AsS, H_2 und SbS, H_2) werden durch Säuren — und auch durch schwellige Säure — unter Bildung von Schwefelmetallen zerlegt. Bei Anwesenheit von $KHSO_4$ wird gleichzeitig das As_2S_3 resp. As_2S_5 in lösliches AsO, K verwandelt (unter Abscheidung von Schwefel, der sich zum Theil mit SO_3, KH zu S_2O_3, KH umsetzt: $11As_2S_3 + 16SO_3, KH = 11AsO, K + 6S_2O_3, K + 78SO_2 + S_2 + 8H_2O$), während die Metall sulfide des Antimons und Zinns nicht weiter verändert werden.)
 Die Schwefelmetalle werden in möglichst wenig Mehrfach-Schwefelalkalien gelöst und die Lösung mit einem grossen Ueberschuss von concentrirter schwelliger Säure gekocht, bis letztere vollkommen verpopt ist.

Niederschlag: Orangerothes Sb_2S_3 oder gelbes Sb_2S_3 (resp. ein Gemisch beider) und Schwefel. Trennung nach Methode 1.
Lösung enthält AsO, K . Ammonium mit HCl , Einlösen von H_2S .
Gelber Niederschlag: As_2S_3 .

Methode 3. (Schwefelarsen wird durch concentrirte Ammoniumcarbonat-Lösung in der Wärme als $AsS(NH_4)$ und $AsO(NH_4)$ gelöst, während Sb_2S_3 und Sb_2S_5 durch dieses Reagens nicht angetroffen werden. $11As_2S_3 + 12(NH_4)_2CO = 5AsS(NH_4)_2 + 2AsO(NH_4)_2 + 12CO_2$)
 Der Niederschlag von As_2S_3, Sb_2S_3 und Sb_2S_5 wird mit concentrirter Ammoniumcarbonat-Lösung wiederholt digerirt und die Lösung abfiltrirt.

Rückstand 1) gelb bis orangeroth: Sb_2S_3, Sb_2S_5 . Trennung und Nachweis von Sb_2S_3 und Sb_2S_5 nach Methode 1.
1) Der Rückstand enthält Ammonium-Selenen, Selenen von As_2S_3 , die durch Ammoniumcarbonat nicht gelöst werden.

Methode 4. (Beruhend auf der Löslichkeit des arsenigen Natrium (Sb_2O, Na_2H_2) unlöslich ist.)
 Man digerirt die getrockneten Schwefelmetalle mit rauchender HNO_3 , bis aller Schwefel oxydirt ist 1), verknüpft zur Trockene und schmelzt bei nicht hoher Temperatur den Rückstand mit 8 Th. festem Arkantron in einem Silbertiegel. Die Schmelze zieht man wiederholt mit warmem Wasser aus, dem man $\frac{1}{4}$ Vol. Alkohol zugesetzt hat.

Rückstand: Sb_2O, Na_2H_2 . Man löst in HCl und leitet Schwefelwasserstoff ein. Orangerother Niederschlag: Sb_2S_3 .
1) Wenn die S-Metalle viel freies S beigemischt enthalten, so kann beim Digeriren mit HNO_3 Explosion eintreten; früher Schwefel muss deshalb vorher von der getrockneten Masse durch Auswaschen mit Schwefelkohlenstoff entfernt werden.
 Ein gleichzeitiger Anwesenheit von As und Sb wirkt sich bei der Oxydation mit HNO_3 nicht in H_2O lösliche As_2O_3 und unlösliches Sb_2O_3 , sondern in Wasser unlösliches $(AsO)_3$; daher lassen sich As und Sb nicht durch blosses Digestion mit NH_4Cl von einander trennen.

Methode 5. (Beim Schmelzen mit Natriumcarbonat und Salpeter werden die Schwefelverbindungen des Arsens und Antimons in lösliches AsO, Na_2 und unlösliches Sb_2O, Na_2H_2 verwandelt. Man vergleiche Methode 4.)
 Man erhitst die mit 1 Theil entwässertem Soda und 3—4 Theilen Salpeter gemischten, trocknen Sulfide im Porzellantiegel einige Zeit zum Schmelzen, nimmt die geschmolzene Masse nach dem Erkalten mit Wasser und Weingeist ($\frac{1}{2}$ Vol.) auf, filtrirt und wäscht mit Weingeist aus.
Rückstand: Sb_2O, Na_2H_2 . Nachweis des Sb wie unter Methode 4.
1) Diese Methode ist auch bei gleichzeitiger Anwesenheit von Arsen, Antimon und Zinn benutzbar, in diesem Falle jedoch weniger bequem, weil bei so langem oder zu hohem Erhitzen der Schmelze leicht etwas K_2O in Na_2O, Na_2 veraselt wird und als solches sich mit dem AsO, Na_2 löst.

Lösung enthält Antimon und Zinn. Man verdampft den grössten Theil der überwiegenden Salzsäure und wirft etwas Zink in die Lösung. Die sich auscheidenden Metallflocken werden von der Flüssigkeit getrennt, mit H_2O gewaschen und mit HCl gelöst.
Rückstand besteht aus Antimon. Man löst in Königswasser, engt die Flüssigkeit durch Verdampfen ein, setzt etwas H_2O an und fällt mit H_2S .
 Orangerother Niederschlag: Sb_2S_3 .
Lösung kann enthalten: $SbCl_3$.
 Man versetzt dieselbe mit $HgCl_2$. Weisses, grauer Niederschlag: Sb_2O anwesend.
 resp. $(SbCl_3 + 2HgCl_2 = SbCl_4 + 2HgCl_2)$
 $(2HgCl_2 + SbCl_3 = SbCl_4 + 2Hg_2Cl_2)$

In Schwefelalkalien unlöslicher Theil des Schwefelwasserstoff-Niederschlages.

Der Schwefelwasserstoff-Niederschlag wird mit conc. Salpetersäure erwärmt, und die Lösung nach dem Verdünnen mit Wasser filtrirt.

| | | |
|--|---|--|
| <p>Rückstand: $PbSO_4$, neben S. Man erhitzt denselben mit basisch weinsaurem Ammoniak, filtrirt und fügt zur Lösung Kaliumdichromat. Gelber Niederschlag: $PbCrO_4$.</p> <p><i>Hg löst sich in conc. HNO₃ - gelber Niederschlag von Hg₂SO₄ bildet</i></p> | <p>Rückstand kann enthalten: $HgCl_2$. Man entfernt die überschüssige Säure durch Abdampfen, setzt dann etwas H_2O und wenig Stannochlorid zu. Wasser Niederschlag: $HgCl_2$. Derselbe schwärzt sich beim Erwärmen mit mehr Stannochlorid unter Bildung von Hg. - Oder: man stellt in die Lösung ein blankes Kupferblech. Letzteres amalgamirt sich und überzieht sich mit weissem metall. Hg (beim Erhitzen flüchtig).</p> | <p>Lösung enthält Nitrate von Pb, Ag, Bi, Cu, Cd. Man verdampft dieselbe zur Vertreibung der Salpetersäure bis fast zur Trockne, nimmt mit Wasser auf *) und verfährt nach Methode 1 oder 2.</p> <p><small>*) Hierbei kann basisch-sulphatartiges Wismuth auftreten, das dann durch selbige Salpetersäure in Lösung zu bringen ist.</small></p> |
|--|---|--|

Trennung von Pb, Ag, Bi, Cu, Cd.

Methode 1. Man versetzt die Lösung der Nitrate zunächst mit wenig, wenn ein Niederschlag entsteht, mit überschüssiger verdünnter Schwefelsäure und filtrirt.

| | | |
|---|---|---|
| <p>Niederschlag: $PbSO_4$, Löstlich in NH_4OH und $C_2H_5O_2NH_4$.</p> <p><i>64 HCl</i></p> | <p>Lösung wird mit verdünnter Salzsäure erwärmt und filtrirt.</p> <p>Lösung kann noch enthalten: Bi, Cu, Cd. (Die Trennung beruht auf der Eigenschaft der Cu- und Cd-Salzen, mit Ammoniak lösliche Verbindungen einzugehen, z. B. $CuCl_2 + 2NH_3$; $CdSO_4 + 4NH_3 + H_2O$.) Man übersättigt mit Ammoniak.</p> <p>Niederschlag: $Bi(OH)_3$, weiss. Man löst den auf ein Filter gebrachten N. in möglichst wenig HCl u. gießt die Lösung in viel Wasser, weisse Fällung BiOCl.</p> | <p>Lösung enthält Nitrate von Pb, Ag, Bi, Cu, Cd. Man verdampft dieselbe zur Vertreibung der Salpetersäure bis fast zur Trockne, nimmt mit Wasser auf *) und verfährt nach Methode 1 oder 2.</p> <p><small>*) Hierbei kann basisch-sulphatartiges Wismuth auftreten, das dann durch selbige Salpetersäure in Lösung zu bringen ist.</small></p> |
|---|---|---|

Methode 2. (Beruht auf der Löslichkeit der Salze von **Ag, Cu, Cd** in Ammoniak unter Bildung von Ammoniakverbindungen; z. B. $AgNO_3 + 2NH_3$; $Cu(NO_3)_2 + 4NH_3$.) Man übersättigt die Lösung der Nitrate mit Ammoniak und filtrirt.

| | | |
|--|--|--|
| <p>Rückstand: $PbSO_4$, Löstlich in basisch weinsaurem Ammoniak.</p> | <p>Lösung kann enthalten: Ag, Cu, Cd als Ammoniakverbindungen. Sie wird mit Salzsäure angeäußert.</p> <p>Lösung enthält Cu und Cd. Man fällt mit H_2S, filtrirt und kocht die auszuwaschen Salzfällung mit verdünnter SO_2H_2 (1 Theil conc. SO_2H_2, 5 Theile H_2O).</p> <p>Rückstand: CdS. Man löst in Salpetersäure, filtrirt, neutralisirt mit NH_4OH und versetzt mit $K_2Fe(CN)_6$. Blauer Niederschlag: CdS. Lösung oder Fällung: Cu, Fe(CN).</p> | <p>Lösung wird mit HCl versetzt: CdS, schwarz. Man löst das CdS in NO_2H u. bringt die von überschüssiger Säure befreite Lösung mit einem Stück Zink auf Platinblech. Rother Fleck: Cu.</p> |
|--|--|--|

Vorbemerkungen zum Verständniss der Verarbeitung der Lösung, welche Metalle der Schwefelammoniumgruppe enthält.

Wird das Filtrat vom Schwefelwasserstoffniederschlag, nach vollständiger Entferrung des H_2S (oder, wenn H_2S keine Fällung erzeugt, die ursprüngliche Flüssigkeit) mit Ammoniak versetzt, so wird zunächst die überschüssige Säure neutralisirt und es werden dann von vielen Metallen Oxidhydrate gebildet, von welchen die einen unlöslich, die andern durch Vermittlung des überschüssigen Ammoniaks löslich sind.

| I. | | | Fällung. | | | Lösung. | | | |
|------------------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------------|------------------|------------------|
| Phosphate (Oxalate) | $Al(OH)_3$ | $Cr(OH)_3$ | $Fe(OH)_3$ | $Fe(OH)_2$ | $Mn(OH)_2$ | $Mg(OH)_2$ | $CoCl_2 + 6NH_3$ | $NiCl_2 + 6NH_3$ | $ZnCl_2 + 2NH_3$ |
| | (1) | | (2) | (3) | (4) | | (5) | (6) | (7) |

ad (1) Enthält die Lösung Phosphorsäure (oder Oxalate), so werden Phosphate (resp. Oxalate) nicht nur der hierher gehörigen Metalle, sondern auch des *Ba*, *Sr*, *Ca*, *Mg* (vom *Mg* nicht d. Oxalate) gefällt.

(2) Eisensulfid als selbstverständlich in einer Vorhut mit H_2S behandelten Flüssigkeit nicht vorhanden.

(3) $Fe(OH)_2$ und $Ba(OH)_2$ werden durch den Sauerstoff der Luft oxydirt und verändern die Farbe, als sind zum Theil in Lösung (s. u.).

(4) Für andere Salze von *Ca*, *Ni* und *Ba*, als Chloride, erhält man lösliche Ammoniakverbindungen.

Von den durch NH_4OH fällbaren Hydraten sind einige in Ammoniaklöslich unlöslich unter Bildung von Doppelsalzen. Die Fällung dieser Hydrate ist deshalb nie vollständig und wird durch Anwesenheit einer genügenden Menge von NH_4Cl -Salz völlig verhindert. Setzt man daher zu der Lösung vor dem Fällen mit NH_4OH -löslich viel NH_4Cl , so hat man:

| II. | | | Fällung. | | | Lösung. | | | |
|------------------------|------------|------------|------------|------------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Phosphate (Oxalate) | $Al(OH)_3$ | $Cr(OH)_3$ | $Fe(OH)_3$ | $Fe(OH)_2$ | $MnCl_2$ | $MgCl_2$ | $CoCl_2$ | $NiCl_2$ | $ZnCl_2$ |
| | | | (8) | (9) | (10) | (11) | (12) | (13) | (14) |

ad (8) vergl. oben ad (1).

(9) Eisensulfidhydrat löst sich nur schwer in NH_4Cl .

(10) Dieses Salz werden durch den Sauerstoff der Luft oxydirt und es erhalten sich dann Fe_2O_3 auf $MnCO_3$ aus den Lösungen aus.

Wird jetzt $(NH_4)_2S$ zugefügt, so bilden alle Metalle, die auf unserem Wege überhaupt Sulfide und in ammoniakalischen Flüssigkeiten unlösliche Sulfide zu erzeugen im Stande sind, diese Sulfide. Aus etwa vorhandenem Eisensulfidhydrat wird durch Reduction Eisensulfid gebildet.

III. Im Niederschlag finden sich also:

| | | | | | | | | | |
|------------------------|------------|------------|---|-----|-----|------|-----|-----|-----|
| Phosphate (Oxalate) | $Al(OH)_3$ | $Cr(OH)_3$ | — | FeS | MnS | — | CoS | NiS | ZnS |
| | | | | | | (15) | | | |

ad (15) $MgCO_3$ wird durch Schwefelammonium nicht angegriffen und fällt also in Lösung.

Für den praktischen Gang der qual. Analyse ist die Fällung mit Ammoniak allein oder bei Anwesenheit von Salzsäure aus den in den Anmerkungen (6) und (7) enthaltenen Gründen nicht wohl vorwerfbar. Man setzt deshalb, ohne sich um die durch Ammoniak bei Gegenwart von hinlänglich viel Salzsäure entstehende Fällung zu kümmern, direct $(NH_4)_2S$ hinzu und erreicht so eine Trennung der nach III fällbaren Metalle von *Ba*, *Sr*, *Ca*, *Mg* (soweit dieselben nicht als Phosphate oder Oxalate vorhanden sind) und den Alkalimetallen. Dabei ist nur darauf zu sehen, dass:

- 1) hinlänglich viel NH_4Cl zugegen ist, um etwa vorhandene *Mg*-Verbindungen in Lösung zu halten,
- 2) hinlänglich viel Ammoniak zugesetzt wird, um alle freie Säure zu neutralisiren, weil sonst Zersetzung des $(NH_4)_2S$ eintreten würde,
- 3) wegen der leichten Oxydierbarkeit der im Niederschlag befindlichen *S*-Metalle, dieser schnell filtrirt und mit $(NH_4)_2S$ -haltigem Wasser ausgewaschen wird.

Hat man es mit einem H_2S -haltigen Filtrat zu thun, so ist für den praktischen Gang der weiteren Untersuchung das Entferrn des H_2S nicht erforderlich. Man kann direct NH_4Cl und dann $(NH_4)_2S$ zufügen. [Da Ammoniak mit H_2S sofort Schwefelammonium erzeugt, so treten in diesem Fall die in 1 und II angeführten Erscheinungen nicht ein.]

Die weitere Verarbeitung des erhaltenen $(NH_4)_2S$ -Niederschlags geschieht, wenn weder Phosphate noch Oxalate vorhanden sind, nach Tab. XII, Methode 1, 2 oder 3. Bei Anwesenheit von Chrom, namentlich wenn gleichzeitig Zink zugegen ist, führt Methode 3 am sichersten zum Ziel; auch ist meistens Methode 2 der Methode 1 vorzuziehen, da sie bei gleichzeitiger Gegenwart von *Fe*, *Zn* [u. *Ni*] bessere Trennung ermöglicht. Bei Anwesenheit von Phosphaten resp. Oxalaten ist es stets zu empfehlen, nach Tab. XIII zu arbeiten, da, je nach der Natur der vorhandenen Basen, bei Anwendung der vorhergehenden Methoden vielerlei Complicationen entstehen können.

Es ist daher zweckmäßig, dem $(NH_4)_2S$ -Niederschlag vor weiterer Verarbeitung auf Chrom, Phosphate und Oxalate zu prüfen, um je nach Anwesenheit oder Abwesenheit dieser Körper Methode 1, 2, 3 der Tab. XII oder Tab. XIII zu benutzen. [Ueber die Art dieser Prüfung s. folgende Tabelle.]

Vorprüfungen.

- 1) Prüfung auf Chrom. Das concentrirte Filtrat vom H_2S -Niederschlag oder die mit H_2S behandelte ursprüngliche Flüssigkeit scheidet bei Anwesenheit von Chrom grün oder violett aus. Eine geröstete Probe des $(NH_4)_2S$ -Niederschlags liefert eine grüne Phosphorsalzperle und, mit Salpeter und Soda geschmolzen, eine gelbe Schmelze von CrO_3K_2 . Die filtrirte und mit Essigsäure neutralisirte Lösung durchselben giebt mit Silbernitrat rothbraunes CrO_3Ag_2 .
- 2) Prüfung auf Phosphorsäure. Eine Probe des $(NH_4)_2S$ -Niederschlags wird mit verd. NO_2H erwärmt und in der warmen (nicht kochenden) filtrirten Lösung Ammoniummolybdat gefügt. Bei Gegenwart von Phosphorsäure fällt, oft erst nach einiger Zeit, gelbes phosphormolybdän-saures Ammoniak aus $[PO_4(NH_4)_3MoO_3]$.
- 3) Prüfung auf Oxalsäure. Eine Probe des Niederschlags wird mit einer concentrirten Lösung von Natriumcarbonat gekocht, die laus filtrirte Lösung mit Essigsäure angesäuert und mit $CaCl_2$ versetzt. Weißer Niederschlag: Oxalsaurer Kalk, C_2O_4Ca .

Verarbeitung des bei Gegenwart von Salmiak durch Ammoniak und Schwefelammonium erhaltenen Niederschlags¹⁾.

In allen Fällen wird der ausgewaschene Schwefelammonium-Niederschlag, der sich nicht an der Luft oxydirt haben darf, mit kalter verdünnter Salzsäure (3 Vol. HCl von 1,12 spec. Gew. und mindestens 5 Vol. Wasser) behandelt.

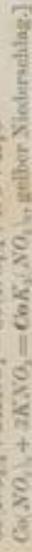
Der schwarze Rückstand kann Schwefelnickel und Schwefelkobalt enthalten.

Trennung von Nickel und Kobalt.

Methode 1. NiS und CoS wird in NO_2H gelöst; die Lösung fast zur Trockene verdampft; der Rückstand mit wenig Wasser aufgenommen und diese Lösung mit concentrirter Essigsäure und concentrirter Kalkmilchlösung versetzt und einige Stunden stehen gelassen.

Niederschlag

grob, pulverig: salpetrigsaures Kobaltoxyd-Kali.



Methode 2. CoS und NiS wird in Königswasser gelöst, die Lösung eingedampft, mit Wasser, dann mit Cyankalium versetzt, bis der anfangs entstehende Niederschlag von $Ni(CN)_2$ und $Co(CN)_2$ sich wieder gelöst hat unter Bildung von $Ni(CN)_5$ und $Co(CN)_5$. Dann kocht man die Flüssigkeit unter Zusatz weniger Tropfen Salzsäure. Durch den O der Luft (oder des H_2O unter H -Entwicklung) wird dabei das Co -Salt in Kobaltdicyankalium $[Co(CN)_2, 2KCN]$ übergeführt:



während das Nickelbleib unverändert bleibt. Nach Zusatz von überschüssiger Natronlösung und Bromwasser (oder $NaClO$) wird beim Erwärmen das Nickelbleib unter Abspaltung von schwachem N_2O_5 gefällt; die Lösung wird nach dem Filtriren mit nicht zu verdünnter NO_2H zur Zerstörung der Cyanverbindungen eingedampft und das Kobalt durch $NaOH$ als $Co(OH)_2$ gefällt.

¹⁾ Bei Gegenwart von Ni ist das Filtrat des Schwefelammoniumniederschlags durch gelbes NiS braun. Das gelbe NiS scheidet sich beim Eindampfen der Lösung mit saurem Ammoniak ab und kann dann durch Filtration entfernt werden.

Die salzsaure Lösung kann enthalten:

$AlCl_3$,

$CrCl_3$,

$FeCl_3$,

$ZnCl_2$,

$MnCl_2$,

und

Phosphate resp. Oxalate von

Mg ,

Ba ,

Sr ,

Ca .

Sie wird nach Tabelle XII oder Tabelle XIII verarbeitet, nachdem durch Kochen mit etwas Kaliumchlorat oder mit Salpetersäure der Schwefelwasserstoff zerstört und das Eisenchlorid in Eisenchlorid übergeführt worden ist.

Methoden, welche zur Trennung der Elemente Al, Cr, Fe, Zn, Mn dienen, bei Abwesenheit von Phosphaten und Oxalaten.

Methode 1. [Beruht auf dem skandinavischen Verhalten von Thonerde und Zinkoxydhydrat gegen Alkalien, in welchen beide sich lösen, z. B. $Zn(OH)_2 + 2NaOH = Zn(O_2Na)_2 + 2H_2O$] Zur kalten oxydirten Lösung, welche nur $FeCl_3$, $AlCl_3$, $ZnCl_2$ und $MnCl_2$ enthalten kann, setzt man Natron in nicht zu grossem Ueberschuss, verdünnt nach kurzem Digestiren etwas mit Wasser und filtrirt:

Niederschlag enthält $Fe(OH)_3$ und $Mn(OH)_2$. Man löst den N. in (möglichst wenig) HCl , neutralisirt vorsichtig mit $NaOH$, setzt Natriumacetat zur Lösung und kocht, bis die überbleibende Flüssigkeit farblos erscheint. [Das Eisen, nicht aber das Manganacetat, versetzt sich beim Kochen unter Bildung eines basischen unlöslichen Salzes: $FeCl_2 \cdot H_2O_2 + H_2O = FeOCl \cdot H_2O_2 + 2H_2O$.]

Niederschlag braunroth: $FeOCl \cdot H_2O_2$. Lösung farblos, $(NH_4)_2S$; Bestätigung durch Prüfung seiner Lösung in HCl mit K_2FeO_4 (Blutlangensalz), sowie Prüfung der urzupfänglichen Flüssigkeit darauf, in welcher Oxidationsstufe das Fe vorhanden ist.

Methode 2. [Darauf beruhend, dass die in Lösung befindlichen Metalle beim Kochen mit essig. Natrium als basische Acetate ausfallen, sofern ihre Chloride die Formel MCl_2 haben, während die in Lösung bleibenden, deren Chloriden die Formel MCl_3 zukommt.] Man versetzt die oxydirte Lösung des $(NH_4)_2S$ -Niederschlags mit $NaOH$, bis ein wenig eines bleibenden Niederschlags entsteht, löst diesen in Essigsäure und kocht mit viel Natriumacetat. Die überbleibende Flüssigkeit muss nach dem Kochen farblos sein.

Niederschlag wird in HCl gelöst, man giebt $NaOH$ im Ueberschuss zu, kocht, verdünnt etwas mit Wappf und filtrirt. *Handwritten note: N. enthält Fe(OH)3, Mn(OH)2, Zn(OH)2, Al(OH)3*
Niederschlag¹⁾, braunroth: $Fe(OH)_3$. Lösung ist auf Al zu prüfen wie bei Meth. 1.

1) Sind Nickel und Kobalt in Lösung gegangen, so finden sie sich bei Mn und Zn , und die vier Metalle werden dann nach Meth. 3. Amack. 1. getrennt.
2) Wenn CrO_3 angewandt, so findet es sich hier und wird von $Fe(OH)_3$ getrennt wie in Meth. 2, indem man den gelochtesten N. mit Koch- und Salpeter schmelzt.

Methode 3. [Beruht darauf, dass $BaCO_3$, die Salze der Formel M^+Cl , nicht die der Formel M^+Cl_2 füllt.] Die oxydirte Lösung des Schwefelammonium-Niederschlags wird mit wenig Natriumcarbonat neutralisirt und in der Kälte mit in Wasser aufgeschwemmtem Baryumcarbonat im Ueberschuss versetzt, sodass häufige Niederschläge entstehen, bis die über dem Niederschlag stehende Flüssigkeit farblos erscheint, und filtrirt.

Niederschlag kann enthalten (neben $BaCO_3$): $Al(OH)_3$, $Cr(OH)_3$, $Fe(OH)_3$. Nach dem Anwaschen kocht man denselben mit $NaOH$ und filtrirt:

Rückstand kann enthalten (neben $BaCO_3$): $Cr(OH)_3$, $Fe(OH)_3$. Man trocknet ihn und schmilzt mit Soda und Salpeter, zieht die Schmelze mit Wasser aus und filtrirt.

Rückstand wird in HCl gelöst. Lösung enthält K_2CrO_4 . Man wävert mit Essigsäure an und setzt Bleisulfat zu. N. gelb: $PbCrO_4$. *Handwritten note: N. enthält auch Fe(OH)3, Mn(OH)2, Zn(OH)2*

† Trennung von Eisen und Uran.

Falls man die Anwesenheit von Uran vermuthet, wird der durch $BaCO_3$ erhaltene Niederschlag (nach dem Anwaschen) mit einer concentrirten Lösung von Ammoniumcarbonat in mässiger Wärme digerirt, etwas mit H_2O verdünnt und filtrirt.

Rückstand enthält UO_2 . Lösung giebt nach dem Anlösen mit HCl bei Urangegenwart mit K_2FeO_4 einen braunen N.

Lösung enthält $Zn(O_2Na)_2$ und $Al(O_2Na)_3$.

- 1) Ein Theil wird mit H_2S versetzt; N. weiss: ZnS .
- 2) Ein anderer Theil wird mit HCl bis zur sauren Reaction, dann mit NH_4OH bis zur alkalischen Reaction versetzt; N. weiss, flockig: Thonerde $Al(OH)_3$.

*) Anmerkung. Wird diese Methode bei Gegenwart von Cr in Anwendung gebracht, so ist zu bemerken, dass $Cr(OH)_3$ sich in kalter $NaOH$ löst, aber beim Kochen der Lösung wieder ausfällt. Beim Einleiten der vorgeschriebenen Flüssigkeiten wird also Cr bei Al fällen und könnte durch Anwesenheit der Lösung nach dem Filtriren von diesem getrennt werden. Ist aber gleichzeitig mit Cr Zn anzugehen, so löst sich wieder Cr nach Zn vollständig in $NaOH$, wofür sich unter diesem Umstände die unlösliche Verbindung $Cr_2O_3 \cdot 2H_2O$ bildet. CrO_3 und $Fe(OH)_3$ fällen sich beide, je nach ihrem relativen Mengen. Ähnlich Fe und Zn .

Lösung¹⁾ (farblos) kann enthalten: Mangan- und Zinkacetat. Man löst H_2S ein.

Niederschlag weiss: ZnS . Filtrat + $(NH_4)_2S$: fleischfarbener Niederschlag: $Mn(OH)_2$. N.: MnS . Prüfung wie bei Meth. 1.

Filtrat kann enthalten¹⁾ (neben $BaCl_2$): $MnCl_2$, $ZnCl_2$. Man fällt aus der kochenden Lösung mit verd. SO_2H_2 den Baryt aus, setzt zum Filtrat davon $NaOH$ im Ueberschuss zu und filtrirt wieder.

Niederschlag: $Mn(OH)_2$. Lösung. Durch Bestätigung durch Schmelzen mit Soda und Salpeter auf dem Platinblech. Vgl. Meth. 1. *Handwritten note: N. enthält auch Fe(OH)3, Mn(OH)2, Zn(OH)2*

1) Sollte man vermuthen, dass noch Kobalt- oder Nickelacetat im Filtrat sind (in welchem Falle durch $NaOH$ ein brauner oder grüner Niederschlag entstehen wird), so löst man dasselbe mit $(NH_4)_2S$, filtert und behandelt den Filtratrückstand nach dem Anwaschen zunächst mit Essigsäure, die das MnS löst, dann mit verd. HCl , die das ZnS löst; Cr und Fe bleiben zurück und werden nach Tab. XI. getrennt.

Handwritten note: Das Filtrat enthält auch Fe(OH)3, Mn(OH)2, Zn(OH)2

Methoden, welche zur Trennung der Elemente *Al*, *Cr*, *Fe*, *Zn*, *Mn* dienen, bei Anwesenheit von Phosphaten und Oxalaten.

Ist durch die Vorprüfung Oxalsäure im Schwefelammonium-Niederschlag nachgewiesen worden, so entfernt man dieselbe zunächst, indem man die salzsaure Lösung des Niederschlags zur Trockne verdampft und den Rückstand zum gelinden Glühen erhitzt, wodurch die Oxalate in Carbonate übergehen.

Ist gleichzeitig Phosphorsäure nicht zugegen, so löst man abdam in Salzsäure, füllt durch NH_4OH , NH_4Cl und $(NH_4)_2S$ die Metalle der Schwefelammoniumgruppe aus, die nach Tab. XII getrennt werden, und bestimmt im Filtrat die vorher an Oxalsäure gebundenen alkalischen Erden wie gewöhnlich.

Hat die Vorprüfung dagegen Phosphorsäure ergeben, so verfährt man mit der salzsauren Lösung des $(NH_4)_2S$ -Niederschlags direct — ist ausserdem noch Oxalsäure zugegen, mit dem Glührückstand — nach einer der folgenden Methoden.

Methode 1. (Beruht darauf, dass aus sauren phosphorsäurehaltigen Lösungen diese Säure durch Zinn bei Oxydation mit HNO_3 in Form von unlöslichem Zinnphosphat, $Sn_2(PO_4)_3$, abgeschieden wird $(Sn + 4NO_3H = Sn(OH)_4 + 4NO_2 + 4PO_4H_2 = (PO_4)_3Sn_2 + 12H_2O$). Da durch HCl Zinn mit in Lösung gehen würde, muss man mit salzsaurefreien Lösungen arbeiten.)

Die salzsaure Lösung des $(NH_4)_2S$ -Niederschlags wird zweimal mit NO_3H eingedampft, resp. der Oxalsäure-Glührückstand wird in **conce. Salpetersäure** gelöst, in die Lösung sodann auf dem Wasserbad allmählich Zinn (Stanniol) im Ueberschuss eingetragen, nach laubstündigem Digeriren, eventuell nach Zusatz von etwas HNO_3 , mit Wasser aufgenommen und filtrirt.

Rückstand besteht aus $(PO_4)_3Sn_2$ und SnO_2 ; in ihm können sich ausserdem geringe Mengen von **Eisen** und **Thonerde** finden. In letzterem Fall löst sich der Rückstand nicht völlig beim Digeriren mit $(NH_4)_2S$. Man behandelt abdam diesen Rückstand nach Tab. XII.

Lösung enthält die Nitrate von **Fe**, **Mn**, **Zn**, **Al**, **Cr**; **Ba**, **Sr**, **Ca**, **Mg**. Man versetzt mit Salznik, Ammoniak u. Schwefelammonium.

Niederschlag:

FeS , MnS , ZnS , $Al(OH)_3$ u. $Cr(OH)_3$, wird nach Tab. XII verarbeitet.

Lösung enthält die vorher an Phosphorsäure u. event. Oxalsäure gebundenen Erden und kann für sich oder vereinigt mit dem ursprünglichen Schwefelammoniumfiltrat untersucht werden.

Methode 2. (Beruht darauf, dass die Phosphate von Baryum, Strontium, Calcium und Magnesium beim Kochen mit Eisen- und Aluminium-Acetat unter Bildung von unlöslichem Eisen- und Aluminium-Phosphat in flüchtige Verbindungen übergeführt werden, während gleichzeitig die noch vorhandenen essigsauren Salze des Eisens und Aluminiums sich unter Bildung basischer Salze abscheiden.)

Die salzsaure oxydirte Lösung des Schwefelammonium-Niederschlags, resp. des Oxalsäure-Glührückstandes wird, nachdem ein Theil mit gelbem Blutinoxide auf Eisen geprüft worden ist, mit Natriumcarbonat neutralisirt und mit viel Natriumacetat und soviel Eisenchlorid versetzt, dass die Flüssigkeit rothbraun aussieht. Man kocht sodann, bis die über dem braunrothen Niederschlag stehende Flüssigkeit farblos ist. (Sollte der N. nicht braunroth, sondern nur gelblich gefärbt sein, so muss unter Zusatz von mehr Eisenchlorid von neuem gekocht werden.)

Niederschlag enthält Phosphate, Hydroxyde und Acetate von **Fe**, **Al**, **Cr**. Man zieht demselben mit kalter Natronlauge aus.

Rückstand enthält das Eisen.

Niederschlag grün:

$Cr(OH)_3$

Filtrat wird gekocht:

Lösung wird mit HCl und dann mit NH_4OH versetzt; N. weiss flockig; $Al(OH)_3$ resp. $AlPO_4$.

Lösung enthält:

Cr^{+3} , **Zn**, **Mn**, ferner **Ba**, **Sr**, **Ca** und **Mg**.

Man versetzt NH_4OH , NH_4Cl und $(NH_4)_2S$ zu:

Niederschlag besteht aus $Cr(OH)_3$

ZnS , MnS . Er wird nach einer der Methoden in Tab. XII verarbeitet.

Lösung enthält die vorher an Phosphorsäure und ev. Oxalsäure gebundenen alkalischen Erden, auf welche wie gewöhnlich geprüft wird.

*) Das Chlorid wird der Hauptmenge nach durch essigsaures Natrium niederschlags, ändert sich jedoch eventuell auch in kleinerer Menge im Filtrat.

Niederschlag durch Ammoniumcarbonat bei Gegenwart von Salmiak.

Das Filtrat vom $(NH_4)_2S$ -Niederschlag, welches **Ba**, **Sr**, **Ca**, **Mg**, **K**, **Na** und **Li** enthalten kann, wird zur Zerstörung des Schwefelammoniums mit Salzsäure schwach angesäuert und gekocht, bis der ausgedehnte Schwefel zusammengeballt und die Flüssigkeit klar geworden ist. Die filtrirte Lösung wird mit Ammoniak bis zur alkalischen Reaction und hierauf, unter Erwärmung, mit kohlensaurem Ammoniak versetzt. Der hierdurch entstandene Niederschlag, welcher **CO**, **Ba**, **CO**, **Sr** und **CO**, **Ca** enthalten kann, wird in möglichst wenig Salzsäure aufgenommen, und diese Lösung wird zur Trockne verdampft. Den Rückstand, aus **BaCl**, **SrCl** und **CaCl**, bestehend, verarbeitet man nach 1, 2, 3 oder 4, nachdem mit ihm folgende Vorprüfung ausgeführt worden ist:

Eine Probe desselben wird in Wasser gelöst, und ein Theil der Lösung mit Strontiumauflösung versetzt; bei Anwesenheit von **Ba** entsteht sofort oder nach kurzer Zeit ein Niederschlag von **BaSO**; ist **Ba** nicht vorhanden, so versetzt man den anderen Theil der Lösung mit Calciumauflösung; bei Gegenwart von **Sr** bildet sich nach einiger Zeit ein Niederschlag von **SrSO**. Bei Abwesenheit von **Ba** sind selbstverständlich nur die für **Sr** und **Ca** angegebenen Trennungen auszuführen.

Trennung von Baryum, Strontium, Calcium.

Methode 1. [Beruht auf der Unlöslichkeit von **BaCl** und **Sr(NO)** und auf der Löslichkeit von **SrCl**, **CaCl**, und **Ca(NO)** in absolutem Alkohol.]

Der Rückstand (**BaCl**, **SrCl**, **CaCl**) wird mit absolutem Alkohol einige Zeit erwärmt.

Rückstand: **BaCl**, färbt die Flamme grün. Man löst ihn in Wasser. Zu einem Theil der Lösung fügt man K_2CrO_7 . Gelber Niederschlag: **BaCrO**. Zu einem andern Theil Strontiumauflösung. Weisses Niederschlag: **BaSO**.

Lösung, welche **CaCl** und **SrCl** enthalten kann, wird zur Trockne verdampft. Die Chloride werden durch zwei- bis dreimaliges Abdampfen mit conc. **HNO** in die Nitrate verwandelt, und die trocknen Nitrate mit absol. Alkohol erwärmt.

Rückstand: **Sr(NO)**, färbt die Flamme intensiver roth. Die wässrige Lösung giebt mit Gypswasser nach einiger Zeit einen weissen Niederschlag von **SrSO**. Einem andern Theil versetzt man mit Wasser (nat. Weisswasser) und versetzt man mit Wasser.

Methode 2. [Beruht auf der Unlöslichkeit von kieselwasserstoffsaurem Baryum.]

Der Rückstand (**BaCl**, **SrCl**, **CaCl**) wird in wenig Wasser gelöst und diese Lösung mit Kieselsäure, **SrFl**, **SrHF**, und ca. $\frac{1}{4}$ Vol. Alkohol versetzt. Nach einiger Zeit filtrirt man.

Niederschlag:

SrFl, SrHF,

weiss,

krystallinisch.

Lösung, **Ca** und **Sr** enthaltend, wird eingeeengt, mit einem grossen Ueberschuss von Ammoniumoxalat versetzt und unter Zusatz von etwas Ammoniak einige Zeit gekocht.

Niederschlag: **SrSO**, | $C_2O_3, Ca + Mg$, in Essigsäure unlöslich.

Niederschlag:

Methode 3. [Princip dasselben: Durch Kochen mit concentrirten Lösungen von Alkalicarbonaten werden **SO**, **Ca** und **SO**, **Sr** in die entsprechenden kohlensauren Salze verwandelt, während **BaSO**, vorzüglich bei Anwesenheit von Alkaliflüssen, nicht verändert wird.] Der Rückstand (**BaCl**, **SrCl**, und **CaCl**) wird in wenig Wasser gelöst, Natriumsulfatlösung (1 Th.) in einem Ueberschuss und dann eine concentrirte Lösung von Natriumcarbonat (2 Th.) zugefügt. Man kocht einige Zeit, filtrirt, wäscht den Rückstand, der aus **BaSO**, **SrCO**, **CaCO**, bestehend kann, mit heissem Wasser aus und behandelt ihn dann mit verdünnter Salzsäure.

Rückstand: **BaSO**, | **Lösung** kann enthalten: **SrCl** und **CaCl**, und wird nach 1 oder 2 behandelt.

Methode 4. [Beruht auf der Schwerlöslichkeit des chromsauren Baryums.]

Die Carbonate von **Ba**, **Sr**, **Ca** werden in Essigsäure gelöst und zu der Lösung Kaliumbichromat hinzugefügt.

Niederschlag:

CrO, Ba.

Lösung: **Ca** und **Sr** enthaltend, wird mit Ammoniumcarbonat gefällt, der ausgewaschene N. mit **HCl** aufgenommen und die Chloride von **Ca** und **Sr** trennt man wie oben.

1855
1856
1857
1858
1859
1860
1861
1862
1863
1864
1865
1866
1867
1868
1869
1870
1871
1872
1873
1874
1875
1876
1877
1878
1879
1880
1881
1882
1883
1884
1885
1886
1887
1888
1889
1890
1891
1892
1893
1894
1895
1896
1897
1898
1899
1900

Filtrat des Ammoniumcarbonat - Niederschlages.

Man prüft die ammoniakalische Flüssigkeit auf Magnesiumsalze, indem man zu einem kleinen Theil derselben NH_4Cl und PO_4Na_2H gibt. Es entsteht sofort oder nach einiger Zeit ein weißer, deutlich kristallinischer Niederschlag: $PO_4MgNH_4 + 6H_2O$. Man verarbeitet in diesem Falle die Gesamtlöslichkeit nach der Methode „Trennung des Magnesium von den Alkalien“. Bei Abwesenheit von Magnesium verfährt man direct nach der weiter unten folgenden Anleitung zum „Nachweis der Alkalien Kalium, Natrium, Lithium“.

Trennung des Magnesium von den Alkalien.

Methode 1. Man fällt aus der Mg -haltigen Flüssigkeit Mg mit Ammoniumphosphat aus, entfernt aus dem Filtrat die Phosphorsäure durch Zusatz von essigsaurem Blei, filtrirt ab, fällt überschüssig zugesetzte Pb -Lösung durch SH_2 und prüft dann die nochmals filtrirte Flüssigkeit auf Alkalien, wie unten folgt.

Methode 2. [Durch Baryumhydroxyd, $Ba(OH)_2$, wird das Magnesium aus seinen Salzlösungen als $Mg(OH)_2$ gefällt.]

Das Filtrat des Ammoniumcarbonat-Niederschlages verdampft man zur Trockne, erhitzt den Rückstand, bis die Ammoniakalze vollständig verpocht sind — selbstverständlich kann auf Ammoniak, welches so vielfach der zu analysirenden Flüssigkeit zugesetzt wurde, in diesem Stadium der Analyse nicht mehr geachtet werden —, und nimmt mit wenig Wasser auf. Dann versetzt man mit Barytwasser bis zur alkalischen Reaction, kocht und filtrirt von dem ausgeschiedenen $Mg(OH)_2$ ab. Der Ueberschuss des $Ba(OH)_2$ wird mit dem gelösten Baryum durch $NH_4_2CO_3$ und $Mg(OH)_2$ in der Wärme ausgefällt und die filtrirte Lösung auf Alkalien geprüft, wie unten angegeben.

Nachweis von Kalium, Natrium, Lithium.

Man verdampft die klare Flüssigkeit zur Trockne und glüht den Rückstand im Porzellan-Tiegel, bis alle Ammoniakalze verflüchtigt sind. (Man vergl. die Bemerkung zur Prüfung auf Ammoniak in der Uebersichtstabelle für die Gruppenreagenzien Tab. VI.) Den Rückstand prüft man auf trockenem Wege durch die Flammenreactionen, indem man ein kleines, mit Salzsäure befeuchtete Probe desselben am Platindrath in die nicht leuchtende Bunsen'sche Flamme bringt. Natrium ertheilt dieser eine intensiv gelbe Farbe, welche durch die Anwesenheit anderer Alkalien niemals verdeckt wird, selbst aber die rothe Farbe von Kaliumbichromat und Hg_2I_2 durch ihr Licht verschwinden macht. Kalium färbt die Flamme violett, Lithium carminroth; sind Kalium und Lithium gleichzeitig oder mit Natrium zugegen, so können erstere nur mit Hilfe eines blauen Glases oder besser noch des Indigoprismas erkannt werden. Dieses absorhirt das gelbe Natrium-Licht vollständig, lässt die carminrothen Strahlen des Lithium nur in dünner Schicht, die violetten Lichtstrahlen des Kalium aber auch in dickerer Schicht durch. Viel sicherer kann die gleichzeitige Anwesenheit der Alkalien durch das Spectroskop erkannt werden.

Nachdem diese Prüfung vorausgegangen ist, übergießt man den die Alkalien enthaltenden Rückstand mit absolutem Alkohol und filtrirt noch kurzer Zeit.

Rückstand kann enthalten: die Salze des Kalium und Natrium.

Man löst in wenig Wasser und prüft einen Theil der Flüssigkeit nach (a),

(a) Zur einen Hälfte der nochmals getheilten Flüssigkeit fügt man eine concentrirte Lösung von saurem weinsauren Ammoniak. Sodaschmelze oder nach Barriem Stöhen der Flüssigkeit abscheidet sich ein weißer kristallinischer Niederschlag aus: Saures weinsaures Kalium, $C_2H_3O_2(OH)(OK)$.

Zur anderen Hälfte der Flüssigkeit giebt man etwas Platinchlorid. Gelber, schwerer Niederschlag: $PtCl_4 \cdot 2KCl$ (Flammfärbung violett).

(b) Man versetzt die Flüssigkeit mit frisch gelohstem saurem pyroantimon-sauren Kalium. Weißer kristallinischer Niederschlag: $Sb_2O_3 \cdot Na_2H_2 + 6H_2O$.

(Färbt die Flamme intensiv gelb.) *Kannst hier Alkohol befeuchten!*

Lösung kann enthalten: Lithium.

Nach Abdampfen des Alkohols nimmt man den Rückstand mit wenig Wasser auf und kocht mit einer concentrirten Lösung von PO_4Na_2H , der man das gleiche Volum Ammoniak zufügt.

Weisser, kristallinischer Niederschlag: $PO_4Li_2 + \frac{1}{2}H_2O$.

$3LiCl + PO_4Na_2H + NH_4OH =$

$PO_4Li_2 + 2NaCl + NH_4Cl + H_2O$.

(Niederschlag färbt die Flamme carminroth.)

weiße Ammoniums + Magnesiumsalze - weißes

Auffindung der Säuren.

Die nach der folgenden Tabelle anzustellenden Prüfungen sind mit möglichster Neutralen Versäuerung d. Substanzen vorzunehmen, welche auf Säuren untersucht werden sollen. Die Fälle, in welchen der Zusatz einer Säure zur Erhaltung einer charakteristischen Reaction erforderlich wird, sind in der Tabelle angedeutet. Liegt zur Untersuchung von verdorren oder saure oder alkalische Lösung vor, so ist dieselbe zu neutralisieren.

Saure Lösungen werden am besten durch vorsichtiges tropfenweises Hinzufügen von NH_4OH abgestumpft. Sind in der Flüssigkeit schwere Metalloxyde od. Erden enthalten, so ist es meist nützlich, diese vorher d. die passenden Reagentien zu entfernen; auch ist darauf zu achten, dass dabei u. beim Neutralisieren Metallsäuren u. an Erden gebundene Säuren (z. B. Phosphorsäure) ausfallen können, auf deren Vorhandensein man aber bei der Prüfung auf Säuren stets vorangehenden Prüfung auf Basen beachten aufmerksam geworden sein muss.

Alkalische Lösungen werden d. Säuren neutralisirt. Auf diejenigen Säuren, welche z. Neutralisieren verwendet wurden, kann selbstverständlich in der betreffenden Lös. nachher nicht geprüft werden. Beim Neutralisieren alkalischer Lös. mit HCl oder NO_3H können folgende Säuren und Säurebildner gefüllt werden:

Kieselsäure (gallertartig, aus verd. Lös. erst b. Eindampfen);
Borsäure (nur aus conc. Lös.); **Antimonensäure** (lös. in Weinsäure);

Schwefel (gelb od. weiss, deutet die Gegenwart einer Thionäure od. eines mehrfach S-Metall an); **Jod**.

Der vorher gelieferte Nachweis bestimmter Basen in Lösung schließt natürlich das gleichzeitige Vorhandensein gewisser Säuren aus (z. B. die Anwesenheit von Boryum in saurer od. neutraler Lös., die Schwefelsäure u. s. w.) — In dem folgenden **Lösungsmitteln** unlösliche Substanzen werden z. Zweck der Untersuchung auf Säuren sehr gepulvert, d. Schmelzen mit kohlen. Kali-Natron aufgeschloßen u. der wäsr. Auszug der Schmelze, welcher die zu untersuchenden Säuren enthält, nach d. Neutralisieren m. HCl , NO_3H od. Essigsäure auf Säuren geprüft. — Die Gegenwart bestimmter Säuren

u. namentlich d. gleichzeitige Anwesenh. mehrerer Säuren lässt sich nur d. genau Prüfung der Substanz auf ihr Verhalten gegen sämmtliche in nachstehender Tabelle angeführten Reagentien, Combination der beobachteten Erscheinungen u. Berücksichtigung der unter der letzten Columnen verzeichneten besonderen Merkmale, sowie vor allen Dingen der oben (Tab. IV) gegebenen Gas-Tabelle erschließen.

Vor der Anwendung der nachstehenden Tabelle unterwirft man ein für allemal die gelöste Substanz folgenden Reactionen, um von vornherein Aufschluss üb. d. An- od. Abwesenheit d. gewöhnlichsten Säuren zu erhalten:

1) Ein Theil der mit HCl od. NO_3H anges. Lös. wird mit $BaCl_2$ (bei Gegenw. v. Ag , Pb , od. Hg -Oxyd) versetzt, m. $Ba(NO_3)_2$ versetzt. Das Entstehen eines pulverigen auch in viel Wasser so gut wie unlöslichen Niederschl. zeigt **Schwefelsäure** an od. **Kieselfluorwasserstoffsäure**.
 2) Zu einem anderen Theil der m. NH_4Cl versetzten, mit NH_4OH alkalisch gemachten Flüssigkeit fügt man $MgSO_4$ oder $MgCl_2$. Entsteht sogleich od. u. einiger Zeit ein krystallin. N., so ist damit d. Gegenwart v. **Phosphorsäure** od. **Arsensäure** od. auch **Weinsäure** (bei Anwesenh. dieser entsteht die b. Glühn. verkohlende Niederschlag nur langsam und auch nur aus sehr concentrirten Lösungen) angedeutet.

3) Ein Theil der salpetersauren Lösung wird mit NO_3Ag versetzt. Ein weißer Niederschlag deutet auf **Chlorwasserstoffsäure**.

4) In einem Reagenzglas wird auf etwa 1 Ccm. conc. SO_3H_2 ein Lösl. v. Ferronitrat geschichtet u. dann d. Lös. der Substanz gegossen (man dar d. SO_3H_2 flüßigen Baum vorher durch verd. SO_3H_2 entfernt sein müssen). Entsteht an der Berührungsstelle der SO_3H_2 mit dem $FeSO_4$ ein brauner Ring, so deutet das auf Anwesenheit von **Salpetersäure**.

Auf etwaige Anwesenh. der Säuren des **As**, **Cr** u. **Mn** (eventuell auch die der **Phosphorsäure** u. **Oxalsäure**, cf. Tab. XI) wird man obsoep bei der Analyse auf Basen hingewiesen. Diejenigen Säuren, deren Gegenwart bereits durch den Gehalt der Tab. IV angezeigt wurde, sind in der folgenden Tabelle mit einem * bezeichnet.

Verhalten der wichtigeren Säuren.

| Säure. | gegen Calciumchlorid. | | gegen Ferrichlorid. | | gegen Silbernitrat. | | gegen Bleiacetat. | | Besondere Merkmale. |
|---|---|--|---|---|--|-------------------------|-------------------------|--|---------------------|
| | — | — | — | — | weiß, unlöslich | weiß, in heissem Wasser | weiß, in heissem Wasser | — | |
| Chlorwasserstoffsäure (HCl)* | — | — | weiss, leicht löslich in NH_4OH u. in CNK . | weiß, voluminös. | weiß, gelatinös, im übersätt. Salz l. lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | Die trocknen Salze m. Cr_2O_3 , K_2 , $+SO_3H_2$ erwärmt geben rothe Dämpfe (CrO_2Cl_2). Freies Cl giebt die Reactionen der HCl , hat aber die Fähigkeit Indigo zu entfärben und J aus JK frei zu machen. Durch Cl wird in GS m. rother Farbe lösl. Br in Freiheit gesetzt. Conc. SO_3H_2 macht Cl in Br in Freiheit setzen. | |
| Bromwasserstoffsäure (HBr)* | — | — | gelblich, löslich in NH_4OH . | weiß, voluminös. | weiß, gelatinös, im übersätt. Salz l. lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | Fällt Eisweiss; in Salzen nach Zusatz von Essigsäure. | |
| Metaphosphorsäure (PO_3H) | weiss, voluminös. | weiss. | weiss. | weiß, voluminös. | weiß, gelatinös, im übersätt. Salz l. lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | Giebt b. Kochen mit NO_3H in PO_3H_2 über. — Coagulirt Eisweiss nicht. | |
| Pyrophosphorsäure ($P_2O_5H_2$) | weiss, (viel übersch. Pyrophosph.-Salz lös.) | weiss, in Pyrophosph.-Salz leicht löslich. | weiss. | weiß, gelatinös, im übersätt. Salz l. lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | Braunt Carceum-Papier. Färbt die Flamme grün. | |
| Borsäure ($B_2O_3H_2$) | weiss, löslich. | gelblich (nur in neutralen Lösungen). | weiss. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | Die Säure, bereiten sich auf d. stets alkal. reag., lösl. Alkalilauge der Säure. Giebt m. Phosphorsäure v. d. Löhrl. Kieselsäure. | |
| Kieselsäure (SiO_2) | weiss. | — | gelb, i. conc. Lösungen. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | Treibt Barry- u. Kalkwasser. Die Salze braunen b. Uebergossen m. Säuren auf. | |
| Kohlensäure (CO_2) | weiss, in HCl löslich unter Brausen. | braunroth. | grau, in NO_3H . | weiß, unlöslich in NH_4OH . | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | Die Säure giebt mit SO_3H_2 tief schwarzen rothe Färb. oder N. Erhitzen. | |
| Ferrocyanwasserstoffsäure (FeC_6H_5) | — | blauer, durch KOH zersetzlicher N. | weiss, unlöslich in NH_4OH . | weiß, unlöslich in NH_4OH . | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | Giebt mit conc. SO_3H_2 erwärmt CO + CO_2 . | |
| Ferricyanwasserstoffsäure (FeC_6H_5) | — | braune Färbung. | rottblau. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | Reducirt As u. Hg -Salze. — Giebt m. conc. SO_3H_2 erwärmt CO . | |
| Oxalsäure ($C_2O_2H_2$)* | weiss, unlöslich in Essigsäure. | gelb. | rottblau (d. HCl Zus. verschwindend) Färb., beim Kochen rottblauer N. | weiß, sehr schön schwarze v. metall. Ag . | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | Giebt b. Kochen m. Alkohol u. conc. SO_3H_2 ; Essigsäure. D. Salze gehen m. As_2O_3 erhitzt Kakodyl. | |
| Arseinsäure (CO_2H_3)* | — | — | — | — | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | Das saure K u. NH_4 Salz ist schwer löslich u. krystallförl. | |
| Essigsäure ($C_2H_3O_2$) | — | — | — | — | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | Das saure K u. NH_4 Salz ist schwer löslich u. krystallförl. | |
| Weinsäure ($C_2H_2O_4$) | weiss, löslich in KOH , unlöslich in NH_4Cl . | verhindert Fällung v. Fe , durch KOH . | — | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | weiß, in NO_3H lös. | Das saure K u. NH_4 Salz ist schwer löslich u. krystallförl. | |

Universitäts-Buchdruckerei von Carl Georg in Bonn.



