

#### IV. LÖSUNG UND AUFSCHLIESSUNG.

Zum Behufe der Prüfung auf nassem Wege müssen die festen Körper in Lösung gebracht werden. Die Art der Lösung ist verschieden nach der Natur der Körper; es sind in dieser Hinsicht zu unterscheiden folgende 5 Gruppen:

1. *Oxyde und Salze* (im allgemeinen).
2. *Metalle und Legierungen*.
3. *Sulfide* (der schweren Metalle).
4. *Cyanide* (der schweren Metalle).
5. *Silicate*.

Man kann andererseits unterscheiden zwischen Lösung und Aufschließung. Manche Salze etc. lassen sich nicht durch Behandlung mit Wasser und Säuren direkt in Lösung bringen; es muß z. Beispiel durch eine vorhergehende Operation die Säure von der Base getrennt werden, so im Baryumsulfat die Schwefelsäure vom Baryt durch Schmelzen mit kohlensaurem Natrium. Man erhält durch diese vorhergehende Aufschließung neue Verbindungen, die in Wasser oder Säuren löslich sind.

Erhält man von Gemengen verschiedene Lösungen, z. B. eine in Wasser und eine in Salzsäure, oder eine in Salzsäure und eine in Salpetersäure, so ist es ratsam, jede dieser Lösungen für sich durchzuprüfen, da zwei einfache Analysen rascher gemacht werden, als eine komplizierte, und da die verschiedenen Lösungen sich häufig gegenseitig wieder ausfällen. Auch erhält man so einen etwas tieferen Einblick in die Natur des untersuchten Gemenges.

Harte Körper, Mineralien etc. müssen vor der Lösung in einer Porzellan- oder Achatreibschale fein gerieben werden. Ganz harte Mineralien zerkleinert man zunächst in einem Stahlmörser („Diamantmörser“) und zerreibt das erhaltene grobe Pulver in der Achatreibschale. Zweckmäßig beutelt man sodann das so erhaltene feine Pulver ab durch (gewaschene) Leinwand; die gröberen Theilchen zerreibt man wieder u. s. f.

Liegen (nach den Ergebnissen der Vorprüfung) organische Verbindungen oder Gemenge mit organischen Substanzen vor, so zerstöre man durch Glühen die organische Substanz und bringe den Rückstand (eventuell unter Zurücklassung der Kohle) in Lösung. — Beim Glühen könnten sich Arsen und Quecksilber, vielleicht auch Zink und Cadmium verflüchtigen; zur Prüfung auf diese ist Zerstörung der organischen Substanz nicht erforderlich.

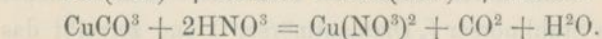
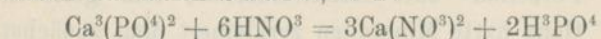
### 1. Lösung der Oxyde und Salze.

a) Eine Probe der zu lösenden Substanz erhitzte man in einem Reagensröhrchen zunächst mit Wasser. Löst sie sich, so bringe man einen größeren Teil der Substanz in Lösung und prüfe diese Lösung auf Basen und Säuren. — Bleibt ein Teil ungelöst, so filtriere man davon ab und verdampfe vorsichtig bis eben zur Trockne, um zu sehen, ob nicht wenigstens ein Teil sich gelöst hat. — Salze, die nur im heißen Wasser löslich sind und beim Erkalten sich wieder abscheiden würden, müssen aufgeschlossen werden.

b) Körper, die in Wasser unlöslich sind, prüfe man weiter auf ihre Löslichkeit in verdünnter Salpetersäure. Man nehme nicht zuviel Salpetersäure, da viele Nitrate zwar in Wasser, aber nicht im Ueberschusse starker Säuren löslich sind.

Beim Lösen der Oxyde entstehen hiebei die Nitrate,

beim Lösen der Salze entsteht das Nitrat der Basis neben der freien Säure, z. B.



Flüchtige Säuren werden sich deshalb hier bemerkbar machen:

Kohlensäure: braust auf; geruchlos; trübt Barytwasser; vgl. pag. 65.

*Ba(OH)<sub>2</sub>*

Cyanwasserstoff: Geruch nach bitteren Mandeln; gibt mit Schwefelammonium Rhodanammonium; vgl. pag. 74.

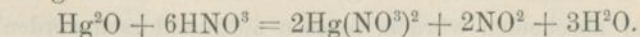
Schwefelwasserstoff: am Geruch zu erkennen, schwärzt Bleipapier; vgl. pag. 78.

Schweflige Säure: Geruch nach brennendem Schwefel; bläut Papierstreifen, die mit Stärke und jods. Kalium getränkt sind; vgl. pag. 58.

Ferner könnten unter Umständen hier auftreten Jod, Brom, Chlor. Vgl. überhaupt pag. 106 u. ff.

Beim Lösen mit Salpetersäure können sich schwer lösliche Säuren abscheiden: Borsäure, krystallinisch, in heißem Wasser leicht löslich; Kieselsäure, gellertartig.

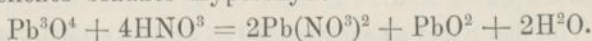
Das Auftreten roter Dämpfe von Untersalpetersäure rührt von Oxydationsvorgängen her, wenn z. B. Quecksilberoxydul- in Quecksilberoxydverbindungen übergeführt werden:



Die Oxydationen können die Resultate der Analyse beeinträchtigen, besonders bei Quecksilberverbindungen. Es wäre dann nachträglich nicht mehr zu konstatieren, ob ursprünglich Oxydul- oder Oxydsalze vorlagen. Sind daher Quecksilbersalze nicht in Wasser oder mäßig warmer verdünnter Salpetersäure löslich, so

schließe man sie mit Natronlauge auf (vgl. e). — Arsenverbindungen löse man womöglich immer in Chlorwasserstoffsäure, um nicht unnötigerweise arsenige Säure in Arsensäure überzuführen.

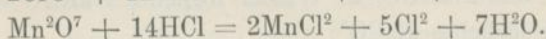
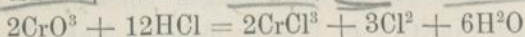
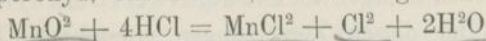
Beim Behandeln mit verdünnter Salpetersäure zerfällt die Mennige in salpeters. Blei, das sich löst, und in unlösliches braunes Hyperoxyd:



Letzteres ist mit konz. HCl in Chlorid überzuführen.

c) Diejenigen Körper, die in verdünnter Salpetersäure unlöslich sind, behandle man mit konz. Chlorwasserstoffsäure.

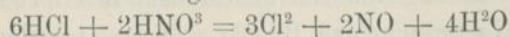
Entwickelt sich beim Lösen Chlorgas, so sind Hyperoxyde und ähnliche Verbindungen, z. B. Manganhyperoxyd, Chromsäure, Uebermangansäure zugegen:



Bleihyperoxyd liefert hiebei Chlorblei, das sich beim Erkalten krystallinisch abscheidet. Man zerlegt dieses am besten mit  $\text{Na}^2\text{CO}^3$  (vgl. unten!).

d) Manche Verbindungen, die sich in Salpetersäure oder Chlorwasserstoffsäure nicht lösen, lösen sich in Königswasser.

Beim Lösen in Königswasser entsteht zuerst Chlor<sup>1)</sup> nach

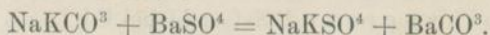


und dieses bewirkt dann die Lösung. — Man mische etwa 2 Vol. konz. HCl mit 1 Vol. konz.  $\text{HNO}^3$ ; die Einwirkung erfolgt beim Erwärmen. — Selbstverständlich ist mit dem Lösen in Königswasser Oxydation verbunden, wenn solche möglich, was stets, z. B. bei Quecksilberverbindungen, zu berücksichtigen ist.

1) Neben Nitrosylchlorür (NOCl) und Nitrosylchlorid ( $\text{NOCl}^2$ ).

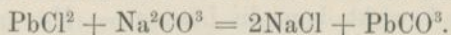
e) Viele Verbindungen, die weder von Wasser, noch von Säuren gelöst werden, werden durch Kochen oder Schmelzen mit Alkalicarbonaten aufgeschlossen, d. h. in lösliche Verbindungen übergeführt. Hieher gehören z. B. die Sulfate des Bleis und der alkalischen Erden, Chlorblei, Jodblei, Zinnoxid u. s. w.

Von den Sulfaten wird Bleisulfat leicht durch Kochen mit einer Lösung von kohlen. Natrium zerlegt, ebenso Calciumsulfat und, wenn auch schwieriger, gefälltes Strontiumsulfat; Baryumsulfat, auch das gefällte, wird nur äußerst unvollständig durch Kochen mit Sodalösung zerlegt. Dagegen werden sie (auch die natürlich vorkommenden Mineralien) leicht beim Schmelzen mit 4—6fachen Mengen kohlen. Natriumkaliums<sup>1)</sup> zerlegt. — Bei diesen Zersetzungen entsteht z. B. aus  $\text{BaSO}_4$  und  $\text{NaKCO}_3$  in Wasser lösliches  $\text{NaKSO}_4$  und in Säuren lösliches  $\text{BaCO}_3$ :



Man zieht daher die Schmelze vollständig mit heißem Wasser aus und löst dann den Rückstand in Salzsäure oder Salpetersäure. — In der wässrigen Lösung ist die Säure, in der sauren die Base zu suchen.

Chlorblei, Jodblei etc. werden schon beim Kochen mit einer Lösung von Natriumcarbonat in Chlor- (resp. Jod-) Natrium und Bleicarbonat zerlegt:

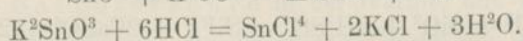
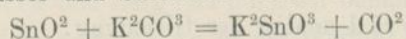


1) Das Doppelsalz  $\text{NaKCO}_3$  schmilzt leichter als das Natrium- oder Kaliumsalz allein. — Das Schmelzen ist im Platintiegel vorzunehmen, da Porzellan von den Alkalicarbonaten zerlegt wird. Nicht in Platintiegeln dürfen geschmolzen werden: Kalium- und Natriumhydroxyd; Nitrate und Cyanide der Alkalien; Metalle und Sulfide derselben; überhaupt keine Substanzen, aus denen ein Metall reduziert werden könnte; ferner keine Substanzen, die Chlor entwickeln könnten.

(Bleicarbonat ist in Natriumcarbonat etwas löslich, kann aus dieser Lösung durch Kohlensäure gefällt werden.)

Chlorsilber etc. liefert beim Schmelzen mit Alkalicarbonat neben Alkalichlorid metallisches Silber:  
 $4\text{AgCl} + 2\text{NaKCO}^3 = 2\text{NaCl} + 2\text{KCl} + 4\text{Ag} + 2\text{CO}^2 + \text{O}^2.$

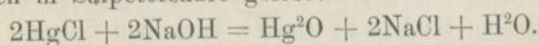
Zinnoxid (Zinnstein) wird durch Schmelzen mit kohlen. Alkali in zinn. Alkali übergeführt, das dann in Wasser und Salzsäure löslich ist:



Man schmelze, bis keine Kohlensäure mehr entweicht.

Da Zinnoxid durch  $\text{Na}^2\text{CO}^3$  nur sehr schwer angegriffen wird, schmilzt man es besser im Silbertiegel mit Aetznatron oder Aetzkali und behandelt die Schmelze, wie oben angeführt<sup>1)</sup>.

Manche Körper werden von Lösungen der kohlen. Alkalien nicht verändert, lassen sich aber leicht durch Kochen mit ätzenden Alkalien aufschließen, z. B. Quecksilber- und Silberverbindungen. Es entsteht das betreffende Oxyd, während die Säure als Alkalisalz in Lösung geht; das Oxyd wird nach dem Auswaschen in Salpetersäure gelöst:

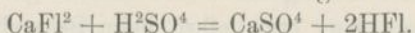


Bei Quecksilberverbindungen wende man hiezu kalte verdünnte Salpetersäure an, um Oxydation des Oxyduls zu Oxydsalz zu vermeiden. ( $\text{HgJ}^2$ , das sich in dem kohlen. Alkali, bez. dem entstandenen Alkalijodid, wieder teilweise lösen würde, bringe man mit Königswasser in Lösung.)

f) Fluorverbindungen, z. B. Flußspath,

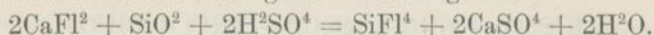
1) Oder man schmilzt es im Porzellantiegel mit 3 T. kohlen. Natrium und 3 T. Schwefel und laugt nach dem Erkalten die Schmelze mit Wasser aus. Die gelbe Lösung enthält das Zinn als Sulfostannat:  $\text{Na}^2\text{SnS}^3$ ; der unlösliche Rückstand, Sulfide enthaltend, ist nach 3 (pag. 118) weiterzuprüfen.

Kryolith zerlegt man durch gelindes Erwärmen mit konz. Schwefelsäure in Platintiegel:

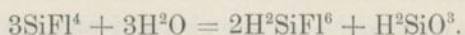


Die Flußsäure wird durch die Glasätzung erkannt (vgl. pag. 64); die zurückbleibenden Sulfate werden in Salzsäure gelöst oder, wenn nötig, noch mit kohlen. Natrium aufgeschlossen.

Fluorhaltige Silicate liefern hiebei Siliconfluorid analog der Gleichung:

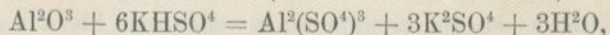


Leitet man die entweichenden Gase durch eine feuchte Glasröhre, so entsteht neben Kieselfluorwasserstoff Kieselsäure:



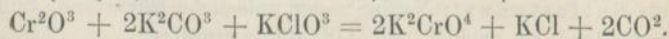
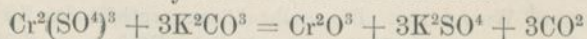
Die Kieselsäure gibt sich entweder direkt oder nach dem Trocknen der Röhre als weißer Ueberzug oder Anflug zu erkennen (vgl. pag. 64).

g) Chromoxyd, Chromeisenstein, <sup>KO Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub></sup> Tonerde, Eisenoxyd werden am besten durch Schmelzen mit der zehnfachen Menge sauren schwefels. Kaliums aufgeschlossen. Es entstehen dabei, wenn die Temperatur nicht zu hoch gesteigert wird, die neutralen Sulfate (neben basischen Salzen):



welche nach dem Erkalten durch Wasser (und Salzsäure) in Lösung gebracht werden.

Chromeisenstein wird am besten so aufgeschlossen, daß man dieser Schmelzung mit saurem schwefels. Kalium noch eine zweite mit chlors. Kalium und Kaliumcarbonat folgen läßt, behufs Ueberführung des Chromoxyds in Chromsäure:



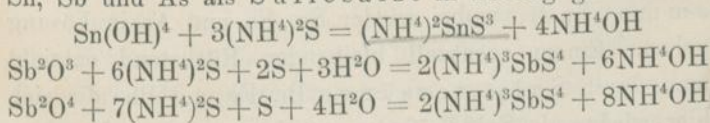
Die Schmelze gibt an Wasser chroms. Kalium ab; der Rückstand, aus Eisenoxyd (mit etwas Chromoxyd) bestehend, wird in Salzsäure aufgenommen.

h) Kohle (auch Graphit), Schwefel sind an ihrem Aussehen und am Verhalten beim Erhitzen zu erkennen.

## 2. Lösung der Metalle und Legierungen.

Metalle und Legierungen behandelt man mit konz. Salpetersäure in der Wärme, und zwar erwärmt man solange, als bei neuem Zusatz von Salpetersäure noch rote Dämpfe auftreten. Man verdampft dann auf dem Wasserbade die überschüssige Salpetersäure (welche die Lösung der Nitate in Wasser beeinträchtigen würde) und nimmt in Wasser und etwas  $\text{HNO}^3$  auf. Es gehen die meisten Metalle als Nitate in Lösung, während Gold, Platin etc. als solche, Zinn und Antimon als Oxyde oder Hydroxyde zurückbleiben<sup>1)</sup>. Wenn Zinn oder Antimon vorhanden, kann sich im Rückstande auch Arsen als arsens. Salz finden. Ferner kann der Rückstand basisches Wismut- und Eisennitrat enthalten.

Der Rückstand wird, nach sorgfältigster Auswaschung, mit gelbem Schwefelammonium digeriert, wobei Sn, Sb und As als Sulfosalze in Lösung gehen:



1) Beim Lösen der Metalle in Salpetersäure entstehen je nach der Konzentration der Säure verschiedene sauerstoffärmere Oxyde des Stickstoffs: bei 1,2 sp. G. bildet sich  $\text{NO}^2$ ; bei 1,35 sp. G. vorwiegend  $\text{N}^2\text{O}^3$ ; bei 1,42 sp. G.  $\text{NO}$ ; bei 1,1 sp. G.  $\text{N}^2\text{O}$ . (Bei noch größerer Verdünnung entsteht Ammoniak.) Salpetersäure von 1,1 sp. G. und darunter wird überhaupt nur von den stärker positiven Metallen (z. B. Zn, Fe) angegriffen.

*Metalle  
sauer  
H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>*

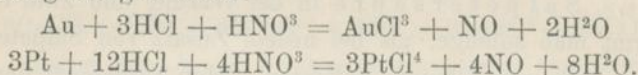
*Sn liegt als  
Metalle  
sauer  
H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>*

*H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>*



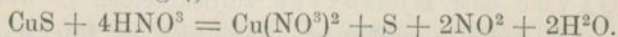
$\text{Sb}^2\text{O}^5 + 8(\text{NH}^4)^2\text{S} + 5\text{H}^2\text{O} = 2(\text{NH}^4)^3\text{SbS}^4 + 10\text{NH}^4\text{OH}$   
 $\text{As}^2\text{O}^5 + 8(\text{NH}^4)^2\text{S} + 5\text{H}^2\text{O} = 2(\text{NH}^4)^3\text{AsS}^4 + 10\text{NH}^4\text{OH}$ .  
 Basische Wismut- und Eisennitrate würden schwarzes, in stärkerer Säure lösliches Sulfid liefern.

Ein eventuell bleibender Rückstand wäre zuerst nochmals auf sein Verhalten zu Salpetersäure zu prüfen; würde er sich nicht lösen, so wäre er mit Königswasser zu behandeln, das Gold und Platin als Chloride in Lösung bringen würde:



### 3. Sulfide der schweren Metalle.

Die Sulfide der schweren Metalle besitzen gewöhnlich Metallglanz; sie werden, wie die Metalle, mit konz. Salpetersäure behandelt, wobei die meisten als Nitrate in Lösung gehen:



Das Verfahren ist wie bei 2; der anfangs abgeschiedene Schwefel oxydiert sich zu Schwefelsäure. — Der unlösliche Rückstand kann hier außer den Oxyden von Sn, Sb, As noch enthalten  $\text{PbSO}^4$ ,  $\text{BiONO}^3$  (bei Behandlung der Nitrate mit Wasser gebildet), auch basisches Eisennitrat und HgS. Man behandelt zuerst mit gelbem Schwefelammonium, wobei wieder Sn, Sb und As in Lösung gehen. Einem eventuell bleibenden Rückstand entzieht man durch Salpetersäure Bi, Fe und Pb, die sich hier wieder als Sulfide finden würden, und löst dann das Schwefelquecksilber mit Königswasser:  $3\text{HgS} + 6\text{HCl} + 2\text{HNO}^3 = 3\text{HgCl}^2 + 2\text{NO} + 4\text{H}^2\text{O} + 3\text{S}$ . Hier könnten endlich noch kieselsäurehaltige Gangart, Schwerspath u. s. w. zurückbleiben, die nach 5, resp. 1 zu untersuchen wären.

Die Sulfide geben sich leicht durch ihr Aussehen, sowie ihr Verhalten in der Vorprüfung zu erkennen.

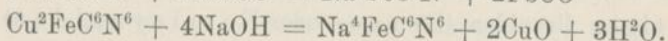
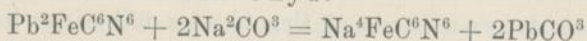
#### 4. Cyanide.

Man stellt zunächst fest, ob man es mit einem einfachen (eisenfreien) Cyanid oder mit eisenhaltigen Cyaniden (Ferro- oder Ferricyaniden) zu tun hat. Zu diesem Zweck prüft man, nachdem das Vorliegen einer Cyanverbindung durch die Rhodanreaktion (nach pag. 74e; vgl. auch pag. 109!) konstatiert ist, auf Eisen, entweder in der Phosphorsalzperle oder besser im Glührückstand auf der Kohle (nach Ausziehen mit konz. Salzsäure). Dann geht man, entsprechend dem Ausfalle dieser Prüfung, zur eigentlichen Aufschließung und weiteren Analyse über und weist eventuell neben vorhandenen Ferro- und Ferricyaniden die einfachen Cyanide schließlich nach VI. „Ermittelung der Säuren“ nach.

Die in Wasser unlöslichen einfachen Cyanide lassen sich durch Kochen mit konz. Salzsäure in Chloride und Cyanwasserstoff zerlegen. — Cyansilber und Cyanquecksilber<sup>1)</sup>, in dem das Cyan nach den gewöhnlichen Methoden nicht nachzuweisen ist, lassen sich durch ihr Verhalten beim Erhitzen, Zerfall in Metall und Cyan, leicht erkennen. Nimmt man das Erhitzen in einem engen Röhrchen vor, so kann das entweichende Cyangas angezündet werden; es brennt mit pfirsichroter Flamme. Das Gas ist auch am Geruch zu erkennen. — Zur Zerlegung des Cyanquecksilbers kann man auch in Wasser lösen und Schwefelwasserstoff einleiten; es fällt Quecksilbersulfid, und Blausäure geht in Lösung.

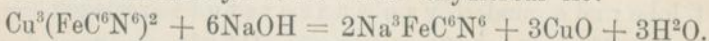
1) Vgl. übrigens Cyanwasserstoff f, Anmerkung (pag. 75)!

Die unlöslichen Ferro- und Ferricyanverbindungen werden durch Kochen mit kohlen. Natrium oder Natronlauge aufgeschlossen. Es entsteht einerseits Ferro-, resp. Ferricyannatrium, andererseits Carbonat oder Oxyd:

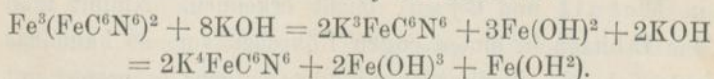


Die wäßrige Lösung wird abfiltriert und auf die Säure geprüft, die Carbonate oder Oxyde werden in verdünnter Salpetersäure aufgenommen. (Beim Aufschließen mit NaOH können Pb, Zn, Al, auch As, Sb und Sn in Lösung gehen. Man prüfe gegebenen Falles einen Teil der alkalischen Lösung durch Uebersättigen mit Schwefelwasserstoff auf Pb, Zn und Al; beim Ansäuern des von einem eventuell erhaltenen Niederschlage ablaufenden Filtrates oder der klar gebliebenen Lösung würden sich dann Sn, Sb und As als Sulfide abscheiden lassen.)

Bei Aufschließung der Ferricyanmetalle mittels NaOH erhält man Ferricyannatrium, wenn das entstehende Metalloxyd nicht weiter oxydierbar ist:

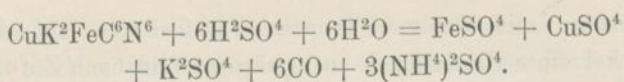


Kann dagegen das ausgeschiedene Oxyd höher oxydiert werden, so geschieht dies unter Reduktion des Ferricyannatriums zu Ferrocyannatrium:



Zum Nachweise der Säure schließt man deshalb womöglich mittelst  $\text{Na}^2\text{CO}^3$  auf.

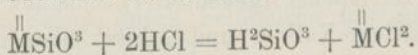
Soll in den Ferro- und Ferricyanverbindungen Alkali nachgewiesen werden, so zerlegt man durch Erhitzen mit konz. Schwefelsäure in Sulfate, Kohlenoxyd und Ammoniumsulfat:



### 5. Silicate.

Alle Silicate müssen zunächst auf das feinste pulverisiert werden (vgl. pag. 111).

a) Die in Wasser löslichen oder durch Säuren zerlegbaren Silicate werden am besten durch Kochen mit konz. Salzsäure aufgeschlossen. Es entstehen dabei neben Kieselsäure die betreffenden Chloride, z. B.

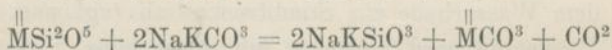
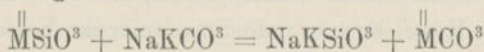


Man kocht so lange, bis völlige Zersetzung erfolgt ist, und bis man beim Umrühren mit einem Glasstabe kein Knirschen mehr bemerkt. Man dampft dann zur Ueberführung der löslichen Kieselsäure in unlösliche amorphe Kieselsäure auf dem Wasserbade zur Staubrockne ab (vgl. pag. 66). Der Rückstand wird zunächst mit etwas konz. Salzsäure befeuchtet, um etwa durch Säureabspaltung entstandene basische Chloride (von Fe, Al, Mg u. s. w.) wieder in die neutralen Chloride überzuführen, d. h. löslich zu machen; schließlich zieht man die Chloride der Basen mit Wasser und verdünnter Salzsäure aus.

b) Die durch Säuren nicht zerlegbaren Silicate müssen entweder durch Schmelzen mit kohlen. Alkalien oder durch Behandlung mit Flußsäure aufgeschlossen werden. Um zu entscheiden, welche Methode anzuwenden sei, prüft man zunächst, ob das Silicat Alkalien enthält oder nicht. Man bringt zu dem Behufe am Platindraht eine Kleinigkeit des Pulvers, mit Salzsäure befeuchtet, in die nicht leuchtende Flamme eines Bunsenschen Brenners und beobachtet, ob die Flamme gefärbt erscheint. (Sicherer ist es, eine ganz geringe Menge der feingepulverten

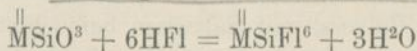
Substanz mit wenigen Tropfen Flußsäure auf dem Deckel eines Platintiegels zu erwärmen und nach Zufügen von etwas konz. Schwefelsäure in der Flamme zu prüfen.) Sind keine Alkalien vorhanden, so läßt sich die Methode der Aufschließung mit kohlen. Alkali anwenden; sind dagegen Alkalien vorhanden, so muß, zur Prüfung auf dieselben, mit Flußsäure zerlegt werden.

c) Beabsichtigt man mit kohlen. Alkalien (am besten mit kohlen. Natrium-Kalium) aufzuschließen, so bringt man in den Platintiegel das innige Gemenge von 1 Teil fein zerriebener (gebeutelter) Substanz mit 6 Teilen kohlen. Natrium-Kalium und erhitzt über der Gebläselampe zum Schmelzen. Es setzt sich das Silicat mit dem Alkalicarbonat in Alkalisilicat und die betreffenden Carbonate (oder wenigstens in durch Säuren zersetzbare Silicate) um:



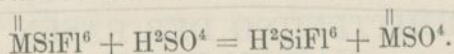
u. s. w. Zerlegt man nun die Schmelze mit Salzsäure, wie oben, so hinterbleibt Kieselsäure, und es gehen die Chloride der Metalle, neben NaCl und KCl, in Lösung.

d) Zur Zerlegung mittelst Flußsäure übergießt man im Platintiegel die fein zerriebene Substanz mit reiner (besonders alkalifreier, womöglich aus Platinapparaten frisch destillierter) Flußsäure, so daß beim Umrühren (mit einem Platindraht, nicht mit dem Glasstabe!) ein dünner Brei entsteht, und digeriert nun (unter dem Abzuge!) längere Zeit unter sehr gelindem Erwärmen, bis sich Alles löst. Die Silicate gehen in kieselflußsaure Salze über:



u. s. w. — Wenn sich alles gelöst hat, setzt man konz.

Schwefelsäure zu und erhitzt, anfangs schwächer, schließlich stärker, zur Verjagung der überschüssigen Säure. Die Schwefelsäure führt die kieselflußsauren Salze in Sulfate über, während Kieselfluorwasserstoff entweicht:



Die zurückbleibenden Sulfate werden in Wasser und etwas Salzsäure gelöst.

Hat man Silicate, die Ba, Sr oder Ca enthalten, nach dieser Methode aufgeschlossen, so ist es, besonders bei beiden ersteren erforderlich, zum Schlusse noch das Ba-, Sr- oder Ca-Sulfat durch Schmelzen mit Alkalicarbonat aufzuschließen (s. pag. 114).

e) Häufig ist es, bei Gesteinsanalysen z. B., von Interesse zu erfahren, ob außer Silicaten, die durch Säuren nicht zerlegbar sind, nicht auch zerlegbare vorhanden sind, resp. eine Trennung derselben durchzuführen. Zu diesem Behufe behandelt man, nachdem man eventuell mechanisch (durch Auslesen der zerkleinerten Massen) das eigentliche Mineral von der Gangart möglichst geschieden, das fein gepulverte Mineral zunächst mit Salzsäure, verdampft, wie oben angegeben, zur Trockne und zieht nun die Chloride, die dem zerlegbaren Silicat entsprechen, aus. Dem Rückstande, der Kieselsäure und unzerlegtes Silicat enthalten kann, entzieht man erstere durch Kochen mit kohlen. Natrium und etwas Natronlauge, welche die aus dem zerlegbaren Silicate frei gemachte Kieselsäure aufnehmen und sie nach dem Zersetzen mit Salzsäure, Eindampfen und Ausziehen mit Wasser als leichtes weißes Pulver hinterlassen. Bleibt nach dem Auskochen mit Sodalösung wieder ein Rückstand, so ist dieser, das unzerlegbare Silicat, nach b, c und d weiter zu prüfen.