Abriss
der qualitativen analytischen Chemie
unorganischer Stoffe,
mit Vermeidung des Schwefelwasserstoffs.

Einleitung.

§. 1. Begriff der analytischen Chemie. Die analytische Chemie behandelt die Lehre von der Zerlegung oder Analyse zusammengesetzter Stoffe und die Ausmittelung ihrer Bestandtheile und kann einen doppelten Zweck haben. Man will nehmlich durch dieselbe entweder nur ausmitteln, welche Stoffe in irgend einem zusammengesetzten Körper vorkommen, oder aber, man will gleichzeitig ermitteln, wieviel von diesen Stoffen vorhanden ist. Bei jenem beschränkteren Zwecke wird die Analyse eine qualitative, bei diesem ausgedehnteren eine quantitative genannt. Letztere setzt natürlich die erstere voraus.

§. 2. Reagentien. Man unterscheidet bei einer Untersuchung die Körper von einander durch ihr Verhalten gegen andere Körper und nennt diejenigen Stoffe, welche man vorzugsweise als Erkennungsmittel anderer Körper benutzt, Reagentien. Während nun die allgemeine Chemie das Verhalten eines einzigen Körpers gegen alle übrigen lehrt, so betrachtet man in der analytischen Chemie diese Stoffe geradezu in der entgegengesetzten Hinsicht. Es leuchtet ein, was einen Körper befähigt, als Reagens auf einen anderen zu dienen: die Wirkung, welche derselbe ausübt, muss sinnlich wahrnehmbar sein. So ist Kalkwasser kein Reagens auf Eisen; denn giessen wir auch Kalkwasser zu einer eisenhaltigen Flüssigkeit, so bleibt diese ebenso klar und hell als zuvor und das Auge vermag nichts zu unterscheiden. Tröpfeln wir dagegen eine Lösung von Kaliumeisencyanid in eine solche eisenhaltige Flüssigkeit, so färbt sich diese augenblicklich intensiv blau, oder gibt, wenn die Flüssigkeit etwas concentrirter war, einen Niederschlag von Berlinerblau. — Die Erscheinungen, an welchen man nun die in Flüssigkeiten stattfindende Einwirkung eines Stoffes auf einen anderen erkennen kann, sind entweder eine Färbung oder ein Niederschlag, in selteneren Fällen ein Aufbrausen oder ein charakteristischer Geruch durch Entwickelung eines Gases, z. B. beim Versetzen einer Sodalösung mit Salzsäure, oder einer Salmiaklösung mit Aetzkalilauge.

§. 3. Empfindlichkeit der Reagentien. Je verdünnter die Lösungen sind, in welchen ein Reagens sinnlich wahrnehmbare Erscheinungen hervorbringt, um so empfindlicher nennt man es. Die Eigenthümlichkeit eines Körpers wird natürlich dadurch bedingt, dass er wenigstens in einem Falle sich anders als alle übrigen verhält, dass er z. B. mit einem Reagens eine Färbung oder einen Niederschlag gibt, mit welchem unter gleichen Umständen kein anderer Körper diese Färbung oder diesen Niederschlag hervorbringt. Solche Reagentien, welche einen Körper leicht von allen übrigen, oder doch von sehr vielen unterscheiden, werden charakteristische oder besondere Reagentien genannt, im Gegensatz

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

zu den allgemeinen Reagentien, welche sich gegen eine ganze Reihe von Körpern gleich verhalten. So ist kohlensaures Ammoniak kein charakteristisches Reagens auf Kalk oder Baryt, während Blutlaugensalz, durch Hervorbringung eines Niederschlages von Berlinerblau ein höchst charakteristisches Reagens für Eisen ist. Ein Beispiel eines allgemeinen Reagens gibt das Schwefelwasserstoffgas, durch welches alle Elemente in 2 grosse Gruppen getheilt werden, worauf wir späterhin noch zurückkommen.

§. 4. Methode der chemischen Analyse. Durch die allgemeinen Reagentien theilt man die verschiedenen Stoffe, wie eben beim Schwefelwasserstoffgas erwähnt wurde, in mehrere Klassen. Man wendet dann nach und nach andere Reagentien an, welche diese Klassen immer kleiner machen, und bestätigt zuletzt das Vorhandensein eines Körpers durch die besonderen Reagentien. Angenommen, man habe es mit einer Flüssigkeit zu thun, in welcher Thonerde, Eisenoxyd, Kalk und Kali enthalten sind. Setzt man dieser Auflösung Ammoniak hinzu, so fallen Thonerde und Eisenoxyd nieder und Kalk und Kali bleiben aufgelöst; man theilt also die Verbindung durch Ammoniak in 2 Klassen. Der Niederschlag von Thonerde und Eisenoxyd kann durch Kalilauge weiter zerlegt werden, denn Thonerde löst sich darin, Eisenoxyd dagegen nicht. Die Flüssigkeit, welche Kalk und Kali enthält, gibt mit kohlensaurem Ammoniak versetzt, kohlensauren Kalk als Niederschlag, während das Kali in Lösung bleibt. Die kalihaltige Flüssigkeit wird abgedampft im Platintiegel geglüht und hinterlässt dann ein Kalisalz, welches durch Platinchlorid mit Sicherheit als solches nachgewiesen werden kann.

§. 5. Quantitative Bestimmung. Was die quantitative Bestimmung der verschiedenen Stoffe betrifft, so könnte es am zweckmässigsten scheinen, die Stoffe im reinen Zustand abzuscheiden und durch Wägung ihr Gewicht zu bestimmen, wie es z. B. mit dem Eisenoxyd und der Thonerde der Fall ist. Dieser Weg ist indess selten anwendbar, weil die Körper sich nicht immer genau abscheiden lassen, oder weil sie sich, wie die gasförmigen, im reinen Zustande nur schwierig wägen lassen. Man wolle z. B. im Kochsalz oder Chlornatrium die Menge des Chlor bestimmen, so hat es keine Schwierigkeiten, das Chlor vom Natrium vollständig abzuscheiden, aber das freie Chlor kann nur höchst schwierig genau gewogen werden. So in vielen Fällen. Man hat aber auch durchaus nicht nöthig diesen Weg zu gehen, sobald der zu bestimmende Körper mit irgend einem anderen eine Verbindung eingeht, die eine constante Zusammensetzung hat, und die leicht abscheidbar und wägbar ist. Gibt man z. B. zu der Lösung von Chlornatrium eine Lösung von salpetersaurem Silberoxyd, so fällt alles Chlor in Verbindung mit Silber als Chlorsilber nieder. Dieser Niederschlag hat eine ganz constante Zusammensetzung, denn er enthält immer 24,72 % Chlor und man kann also aus jeder erhaltenen Menge des Niederschlages die Menge des darin enthaltenen Chlors berechnen. Hat man z. B. bei einer Analyse 15 Gr. Chlorsilber erhalten, so rechnet man:

$$100 : 24{,}72 = 15 : x$$

$$x = \frac{24{,}72 \times 15}{100} = 3{,}708.$$

In den 15 Gran Chlorsilber, also auch in der untersuchten Substanz sind also 3,708 Gran Chlor enthalten.

Ist die direkte Bestimmung des Körpers sowohl im isolirten Zustande als in Verbindung mit anderen Stoffen schwierig, so bestimmt man denselben durch den Verlust, wie unter andern fast immer die Borsäure und Phosphorsäure. Diese Methode, einen Körper durch den Verlust zu bestimmen, erfordert jedoch grosse Uebung, indem, wie leicht einzusehen, jeder bei der Bestimmung der übrigen Stoffe begangene Fehler auch einen solchen bei Bestimmung der fraglichen Bestandtheile veranlassen muss. Sie gibt namentlich dann sehr gute Resultate, wenn ein flüchtiger Körper mit einem oder mehreren nicht flüchtigen Körpern verbunden ist. So bestimmt man in der Regel das Wasser in den wasserhaltigen Verbindungen durch den Verlust. Es ist übrigens klar, dass auf diese Weise nur ein flüchtiger Körper durch den Verlust bestimmt werden kann, nicht aber mehrere. Man darf also bei der Analyse einer Verbindung von Ammoniak, Phosphorsäure, Wasser und Magnesia die abgewogene Menge nicht glühen, um etwa durch den Gewichtsverlust die Menge des Ammoniak zu bestimmen, weil dann das Wasser mit verflüchtigt werden würde.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

Kap. I. Vorläufige Prüfungen.

§. 6. Untersuchung der physikalischen Eigenschaften. Ehe man an die eigentliche Untersuchung geht, hat man die äusseren physikalischen Eigenschaften des zu untersuchenden Körpers genau zu beachten, so wie verschiedene Vorprüfungen anzustellen, aus denen man oft schon eine Menge wichtiger Schlüsse auf die Natur des Körpers ziehen kann.

Man untersucht und beschreibt:

1. Den Aggregatzustand, und wenn er starr ist seine Form, ob er krystallisirt, nur krystallinisch oder amorph ist, ob er in derben, strahligen, fasrigen, stängeligen, zähnigen, porösen Stücken oder anderen nachahmenden Gestalten sich zeigt.

2. Die Theilbarkeit und den Bruch, namentlich, ob derselbe eben, uneben, muschlig, hakig, splitterig oder erdig ist.

3. Seine Cohäsionsverhältnisse, d. h. Härte, nach der Härtescala von Mohs, und Zusammenhalt, also z. B. ob er stark abfärbt, Eindrücke vom Fingernagel annimmt u. s. w. Ebenso hat man hier zu prüfen, ob er leicht oder schwer zersprengbar, spröde oder milde ist, ob er geschmeidig ist, sich mittelst eines Messers schneiden und späneln lässt, ob er dehnbar ist, d. h. unter dem Hammer sich ausplätten lässt, endlich ob er unbiegsam, biegsam oder elastisch ist.

4. Sein spezifisches Gewicht, mittelst der hydrostatischen Wage oder des Nicholson'schen Aräometers.

5. Seine optischen Eigenschaften, und zwar den Grad der Durchsichtigkeit, die einfache oder doppelte Strahlenbrechung, die Art und Intensität des Glanzes, die Farbe, nebst den Farbenzeichnungen (gefleckt, geflammt u. s. w.), das Farbenspiel, das Opalisiren, das Irisiren, Anlaufen, endlich den Strich des Körpers, d. h. die Farbe, die der Körper beim Ritzen zeigt.

6. Auch werden seine Eigenschaften hinsichtlich der Phosphorescenz untersucht, ob der Körper durch Stoss, Reibung, Schlag, Erwärmen und Bestrahlen phosphorescirt.

7. Man untersucht ferner, ob der Körper elektrisch oder magnetisch ist.

8. Man prüft seinen Geschmack, seinen Geruch vor und nach dem Anhauchen oder Befeuchten, so wie, ob sich derselbe rauh, sanft, mager, fettig, kalt anfühlen lässt, ob derselbe an der Zunge oder feuchten Lippe adhärirt.

§. 7. Chemische Vorprüfungen. Nach Beachtung der physikalischen Eigenschaften schreitet man zur eigentlichen Vorprüfung, die nur mit kleinen Proben der Substanz angestellt wird. Ueberhaupt verwendet man auch zur eigentlichen Analyse immer nur kleinere Portionen, um nicht durch Untersuchung zu grosser Massen unnöthig an Zeit und Reagentien zu verlieren. Auch muss man, wenn es irgend zulässig ist, stets eine, wenn auch nur kleine Probe der Substanz zurücklassen, um bei einem etwaigen Misslingen der ersten Untersuchung dieselbe wiederholen zu können.

§. 8. A. Erhitzung einer Probe der pulverisirten Substanz in einer federkieldicken, unten zugeschmolzenen Glasröhre anfangs in gelinder, später bis zum Rothglühen gesteigerten Temperatur.

a) Es entwickeln sich Wasserdämpfe, die sich im kälteren Theile der Röhre zu Tropfen condensiren: man hat also Verbindungen, welche Krystallwasser, Hydratwasser, oder äusserlich adhärirendes Wasser enthalten. Man prüft dasselbe mit Lackmuspapier:

saure Reaction deutet auf flüchtige organische oder unorganische Säuren,

alkalische Reaction deutet auf Ammoniak.

b) Es entwickeln sich Gase oder Dämpfe.

Braunrothe Dämpfe von NO^4 deuten auf NO^5 Salze.

Sauerstoffgas, erkannt durch Entflammen eines glimmenden Spans deutet auf Hyperoxyde, NO^5 oder ClO^5 Salze.

SO^2, Cy, SH und NH^3, sämmtlich durch den Geruch erkannt, deuten auf schwefelsaure Salze, Cyanverbindungen, wasserhaltige Schwefelverbindungen u. Ammoniaksalze.

CO^2 und CO entstehen aus einigen kohlensauren, oxals. und ameisens. Salzen.

Aceton unter gleichzeitiger Schwärzung entsteht durch Zersetzung essigsaurer Salze.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

c) Bildung von Sublimaten oder Anflügen im kälteren Theile der Glasröhre.

Schwefel entsteht aus manchen Schwefelverbindungen als gelbes Pulver oder in Tropfen. Er kann natürlich auch für sich zur Untersuchung kommen.

Hg in Tropfen oder als Spiegel, HgCl, als weisser, mit Kali befeuchtet, gelbrother Sublimat; Hg^2Cl weisser, durch Kali geschwärzter, HgS, ein schwarzer durch Reiben rother Sublimat.

Arsen, einen Spiegel bildend und am Knoblauchgeruch erkannt, AsO^3, ein Subl. von weissen, glänzenden Krystallen, AsS, ein rothgelber oder gelber Sublimat.

NH^4Cl, weisser, unschmelzbarer Subl., der mit Kali befeuchtet den Geruch von NH^3 gibt.

d) Farbenveränderung, ohne vorangeg. Schmelzung.

„Aus Weiss in Gelb, beim Erkalten wieder weiss, deutet auf Zinkoxyd; — aus Weiss in Gelbbraun, beim Erkalten schmutzig hellgelb werdend, deutet auf Zinnoxyd; — aus Weiss oder Röthlichgelb in Braunroth, beim Erkalten gelb bleibend, in Rothglühhitze schmelzbar, deutet auf Bleioxyd; — aus Weiss oder Blassgelb in Pommeranzengelb bis Rothbraun, erkaltet blassgelb, in starker Rothglühhitze schmelzend, deutet auf Wismuthoxyd; — aus Braunroth in Schwarz beim Erkalten wieder braunroth, deutet auf Eisenoxyd; — aus Gelb in Dunkelorange, in starker Hitze schmelzbar, deutet auf neutrales chromsaures Kali.“ Fresenius.

e) Es tritt Verkohlung unter Gasentwickelung ein: organische Substanzen. Bilden sich zugleich brenzliche Produkte, so hat man namentlich auf Weinsteinsäure, bildet sich Ammoniak, auf stickstoffhaltige organische Substanzen zu schliessen.

§. 9. B. Erhitzen auf Kohle in der inneren oder Reductionsflamme.

a) Verflüchtigt werden Wasser, Ammoniak, Quecksilber- und Arsenverbindungen und Antimon; Arsen entwickelt den Geruch nach Knoblauch; Antimon bildet weisse Dämpfe und einen Beschlag auf der Kohle.

b) Schmelzen u. Einziehen in die Kohle deutet auf Alkalien, zuweilen auf Baryt.

c) Verpuffung deutet auf chlorsaure oder salpetersaure Salze.

d) Unschmelzbarer, weisser Rückstand deutet auf BaO, SrO, CaO, MgO, Al^2O^3, ZnO, SiO^3. Von diesen leuchten namentlich SrO, CaO, MgO, ZnO vor dem Löthrohre sehr stark. Mit Kobaltlösung geglüht, färbt sich Al^2O^3 blau, MgO röthlich, ZnO grün, SiO^3 schwach bläulich und gibt mit Soda unter Aufbrausen eine klare Perle.

e) Unschmelzbarer Rückstand von anderer Farbe. Man mengt denselben mit Soda und erhitzt in der inneren Flamme. Es geben kein Metallkorn: Pt, Fe, Co, Ni, Metallkorn ohne Beschlag: Cu, Au, Metallkorn mit Beschlag: Ag, Sn, Bi, Pb, Sb, Zn. Der Beschlag vom AgO ist sehr schwach, dunkelroth, bei Gegenwart von Sb oder Pb heller. Der Beschlag von SbO^3 ist weiss, sehr stark und bildet einen aufsteigenden Rauch; das Metallkorn ist spröde. Der Beschlag vom ZnO ist gelb, kalt weiss, das Korn spröde; ebenso verhält sich der sehr unbedeutende Beschlag vom Zinnoxyd, aber das Korn ist dehnbar. Die Beschläge von BiO und PbO sind dunkelgelb oder bräunlichroth und werden beim Erkalten citronengelb; das Wismuthkorn ist spröde, Blei dagegen dehnbar. Der rothbraune Beschlag vom CdO behält auch in der Kälte diese Farbe, das Korn ist dehnbar.

§. 10. C. Flammenfärbungen. Man befeuchtet das Oehr eines Platindrahtes, befestigt daran möglichst viel von der Probe und erhitzt vor dem Löthrohr.

KO, NaO, CaO, BaO, SrO werden unter Färbung verflüchtigt, am leichtesten die Chlorverbindungen, weshalb man die Proben vor jeder Erhitzung mit Salzsäure befeuchtet. Man erhitzt in verschiedenen Theilen der Flamme, weil die Proben, je nach der Flüchtigkeit verschiedene Hitze erfordern. Es färben die Flamme: Lithion, intensiv roth mit einem Stich in's Blaue; — Strontian, ebenso mit Stich in's Gelbliche; — Kalk, schwachroth; — violett Kali; — gelb Natron, sehr intensiv; — grünlich, Baryt, schwach. Da die Natronflamme die des Kali leicht verdeckt, so betrachtet man die auf Kali zu prüfende Flamme durch ein Kobaltglas; indem dies das gelbe Natronlicht nicht durchlässt, wird die violette Flamme des Kali sichtbar.

§. 11. D. Schmelzen mit Soda und Salpeter (2—3faches Gewicht) auf Platinblech. Mangan gibt einen grünen oder blaugrünen Schmelz; Chrom einen gelben Schmelz, der in Wasser gelöst, Bleisalze gelb fällt.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

§. 12. E. Erhitzen mit Borax oder Phosphorsalz auf Platindraht in der äusseren oder inneren Flamme des Löthrohrs. Die Reduction kann auch auf Kohle vorgenommen werden. Durch Zusatz von etwas Zinn wird sie wesentlich befördert. Die Phosphorsalzperle ist der Boraxperle meist gleich, nur mit lebhafteren Farben, weicht jedoch in einzelnen, unten angeführten Punkten ab.

§. 13. Erscheinungen der Phosphorsalz- und Boraxperlen. Farblose Perlen, in grösserer Menge zugesetzt beim Erkalten einen weissen Schmelz, geben CaO, BaO, SrO, MgO, ZnO, CdO, PbO. Ausserdem farblose ohne Schmelz, SbO^3, Al^2O^3, SnO^2 und SiO^3; SnO^2 bleibt bei Zusatz von Fe^2O^3 farblos, SiO^3 färbt sich grün.

Blaue Perle, im Kerzenlicht mehr violett, Kobalt.

Heiss gelbliche oder röthliche, kalt schön grüne Perlen, Chrom.

Grüne, kalt bläuliche, in der innern Fl. rothe Perle, besonders bei Zusatz von Zinn gibt das Kupfer.

Violette Perle, die mit Borax leicht undurchsichtig, die mit Phosphors. bei sehr geringer Menge farblos; beide in der innern Flamme, namentlich auf Kohle farblos: Mangan. Mit Borax in der äusseren Flamme farblos, mit Phosphorsalz hellgelblich, kalt trübe, beide in der inneren Flamme weissgrau und auf Kohle farblos, Silber.

Mit Borax in der äusseren farblos, in der inneren grau oder auf Kohle farblos; die äussere Phosphorsalzperle gelbbraun, kalt fast farblos; die innere, bei Berührung mit Zinn heiss farblos, kalt schwarzgrau: Wismuth.

Heiss braunroth, kalt hellgelb oder farblos, in d. inn. Flamme grün, namentlich bei Zusatz von Zinn: Eisen.

§. 14. F. Erhitzen der Originalsubstanz mit zweifach schwefelsaurem Kali oder Schwefelsäure. Man erhitzt eine Probe, nachdem man sie mit dem gleichen Volum zweifach schwefelsauren Kali's gemengt, oder auch mit concentrirter Schwefelsäure übergossen hat, über einer gewöhnlichen Spiritus- oder Gaslampe im Reagensglase oder einer unten zugeschmolzenen Glasröhre. Flüchtige Säuren werden dadurch freigemacht, und zwar werden erkannt:

a) Kohlensäure als geruchloses, farbloses, unter Aufbrausen entweichendes Gas.

b) Kohlenoxyd farbloses Gas, mit blauer Flamme verbrennend, deutet auf Cyanmetalle, sowie auf oxalsaure und ameisensaure Salze.

c) Schwefelwasserstoffgas, am Geruch kenntlich, deutet auf Schwefelmetalle.

d) Schweflige Säure, am Geruch kenntlich, kann von schwefligsauren Salzen, aber auch von Schwefelmetallen herrühren, in welchem Falle sich zugleich Schwefel abscheidet.

e) Salpetrige Säure, braunrothe Dämpfe, deutet auf salpetersaure Salze.

f) Chlor, gelbe Dämpfe mit charakteristischem Geruch, deutet auf chlorsaure Salze, ferner auf Cr^2O^3, wenn die Auflösung gelb oder roth war, auf ClO, wenn die Auflösung farblos war und bei den Basen Kali oder Kalk gefunden wurde.

g) Jod, violette Dämpfe, deuten auf Jodmetalle.

h) Salzsäure, farbloses, stechendes, saures Gas, deutet auf Chlormetalle.

i) Fluorwasserstoffsäure, erkannt an der Aetzung des Glases, die namentlich nach dem Ausspülen des Glases mit Wasser sichtbar wird.

k) Essigsäure am Geruch kenntlich, oft unter Schwärzung der Probe.

l) Cyanwasserstoffsäure, am Geruch kenntlich, deutet auf Cyanüre.

m) Eine Schwärzung der SO^3 unter Bildung von SO^2, deutet auf organ. Substanzen.

Kap. 2. Verhalten der Stoffe gegen Auflösungsmittel.

§. 15. Nach der Behandlung der Körper auf trocknem Wege oder vor dem Löthrohre schreitet man zu der Untersuchung auf nassem Wege und behandelt die gehörig zerkleinerte Substanz mit Auflösungsmitteln. Ein für allemal mag hier daran erinnert werden, dass man sich bei der ursprünglichen Auflösung, wie bei den ferneren Arbeiten der grössten Sparsamkeit im Verbrauch der Reagentien und namentlich auch von Wasser befleissigt. Wenn ein Körper ursprünglich in Wasser gelöst und diese Flüssigkeit durch Ueberschuss der ebenfalls in Wasser gelösten Reagentien sehr verdünnt erhalten wird, wie soll man schliesslich genaue Resultate erwarten können.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

Zuerst wendet man Wasser an. Man beurtheilt, ob die Auflösung vollständig oder unvollständig erfolgt, indem man etwas von der Flüssigkeit verdampft und auf den grösseren oder geringeren Rückstand (unvollständige Lösung) achtet. Die erhaltene Lösung untersucht man auf ihre neutrale oder sauere Reaction.

In Wasser lösen sich reine Alkalien und deren Salze, fast alle Chloride mit Ausnahme des AgCl und Hg^2Cl, schwer löslich ist PbCl. Ferner sind in Wasser löslich die meisten SO^3 Salze, ausgenommen $BaO.SO^3$, $SrO.SO^3$, $PbO.SO^3$; schwer löslich ist $CaO.SO^3$. Ferner lösen sich in Wasser die salpetersauren Salze mit Ausnahme des $BiO.NO^5$ und des $Hg^2O + NH^4O.NO^5$. Löslich sind ferner alle essigsauren Salze (das Silberoxyd und Quecksilberoxydulsalz in heissem Wasser), die Jodide, Bromide, Cyanide und Sulphide der Alkalien und alkalischen Erden. Schwerlöslich sind die alkalischen Erden; unlöslich in Wasser sind die reinen Erden und Metalloxyde, die neutralen kohlensauren, phosphors., arsens., bors., sowie auch die oxals. und meist auch die weins. Salze der alkal. Erden, der eigentlichen Erden und der Metalloxyde, die meisten Jodide, Bromide und Cyanide der Schwermetalle, sowie endlich die oben als Ausnahmen angeführten schwefelsauren Salze und Chloride.

§. 16. Löst sich der zu untersuchende Körper nicht in Wasser, so setzt man Salpetersäure hinzu, erst verdünnte, und hilft dies nicht, concentrirtere. Man beachtet die frei werdenden Gase (§. 13) und die etwa entstehende Färbung der Lösung. In NO^5 lösen sich vorzüglich CaO, MgO, die Salze der alkalischen Erden mit CO^2, PO^5, AsO^3, BoO^3; weniger leicht lösen sich reine Erden und Metalloxyde. Es lösen sich auch, wiewohl schon schwieriger, die Sulphide, welche nur aus alkalischen Lösungen gefällt werden, z. B. FeS, CoS, MnS, ZnS, doch wirkt auf diese im Allgemeinen HCl besser ein. — Wirkt die verdünnte NO^5 nicht, so greift man zur concentrirten. Sie löst die meisten Metalloxyde, sehr viele regulinische Metalle, die aus sauren Lösungen gefällten Sulphide, z. B. CuS, AgS, AsS, wenigstens werden diese durch die Säure unter Abscheidung von Schwefel zersetzt: PbS gibt z. B. $PbO.SO^3$. Auch lösen sich in ihr geringe Mengen von $PbO.SO^3$, AgCl, Hg^2Cl, aber sie scheiden sich meist, besonders AgCl beim Verdünnen mit Wasser vollständig aus. Antimon und Zinn werden durch NO^5 nur oxydirt, nicht aufgelöst. Gar nicht angegriffen werden Pt, Au und andere seltene Metalle; ferner $BaO.SO^3$, $SrO.SO^3$, HgS, Hg^2Cl, AgCl und endlich die Doppelcyanüre.

§. 17. Blieb auch Salpetersäure ohne Wirkung, so versucht man Chlorwasserstoffsäure, in der sich besonders SbO^3 u. SnO^2 lösen, ausser sehr vielen anderen Verbindungen. Man kann auch zu der HCl noch NO^5 setzen oder nach jener Salpetersalzsäure oder Königswasser anwenden, in welcher sich namentlich Gold, Platin und andere Metalle, sowie HgS lösen, während die meisten übrigen, von den einfachen Säuren nicht gelösten Stoffe, auch hier ungelöst bleiben. Es ist noch hinzuzufügen, dass man auch, nachdem der Körper auf seine Löslichkeit in Wasser geprüft ist, ebensogut zuerst Salzsäure und später Salpetersäure anwenden kann, wobei man indessen, bei Gegenwart von Blei-, Silber- und Quecksilberoxydulverbindungen einen Niederschlag von Chloriden erhält. Um möglichst wenig freie Säure und fremde Salze in Lösung zu haben, stumpft man die freie Säure nicht durch Ammoniak ab, sondern verjagt sie durch Abdampfen; sollte sich dabei etwas ausscheiden, so wird dies unter Zusatz von etwas Wasser und wenig Säure wieder gelöst.

§. 18. In Wasser, einfachen und zusammengesetzten Säuren unlösliche Stoffe. Der nach der Lösung in Wasser und Säuren noch bleibende Rückstand besteht gewöhnlich aus: Al^2O^3, Cr^2O^3, CaF, $PbO.SO^3$, PbCl, AgCl, Hg^2Cl, SbO^4, SbO^5, SiO^3, dann aus Schwefel, Kohle, Silicaten, Chromeisenstein, Berlinerblau und diesem ähnlichen Verbindungen.

Man kocht die fein pulverisirten Verbindungen zunächst anhaltend mit einer conc. Lösung von Soda, filtrirt, wäscht den Rückstand gut aus, und löst ihn nun in HCl oder NO^5 Säure. In der Lösung sucht man die Basen, im alkalischen Filtrat die Säuren. Häufig ist es zweckmässiger, den Rückstand durch Schmelzung mit 4 Theilen eines Gemenges von 13 $KO.CO^2$ + 10 $NaO.CO^2$ aufzuschliessen. Hierdurch werden auch die schwer zersetzbaren Silicate, wie Thon und Feldspath aufgeschlossen. Durch Auskochen mit Wasser

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

gehen dann die Säuren in Lösung. Oxyde oder kohlensaure Oxyde bleiben zurück, werden nun durch Säure leicht gelöst und wie gewöhnlich erkannt. Sollte auch hierdurch keine vollständige Aufschliessung erfolgt sein, so hat man noch auf Chromeisenstein, Chromoxyd, Flussspath und Kohle zu schliessen. Man glüht den Rückstand nun sehr anhaltend (etwa ½ Stunde lang) mit dem vierfachen Gewicht eines Gemenges von Soda und Salpeter, wodurch sich chromsaures Alkali bildet und durch Kochen mit Wasser ausgezogen wird, während Eisenoxyd nebst Flussspath zurückbleibt. Man löst nun durch Säure das Eisenoxyd. Bleibt auch hier noch ein wesentlicher Rückstand, so hat man vorzüglich auf Fluorverbindungen, namentlich Flussspath Rücksicht zu nehmen. Man erhitzt im Platintiegel mit concentrirter Schwefelsäure, bis keine Dämpfe mehr entweichen und löst den Rückstand in Salzsäure auf. Kohle wird an der Farbe, Schwefel nach den Vorprüfungen §. 8. A. c. erkannt.

Kap. 3. Trennung der Metalloxyde in Klassen und Gruppen.

§. 19. Uebersichtliche Eintheilung. Es gibt gewisse Reagentien, die vor den übrigen ein so entschiedenes Uebergewicht zeigen, dass auf das Verhalten der Metalloxyde zu ihnen die Eintheilung dieser in Klassen und Gruppen sich gründet. Solche Reagentien sind namentlich Schwefelwasserstoff, Schwefelammonium, Ammoniak, kohlensaures Ammoniak, Kali und Salzsäure. Aus ihrem Verhalten zu den Metalloxyden geht nun folgende Eintheilung hervor:

I. Klasse. Die Metalloxyde werden durch SH und NH^4S weder aus saurer noch aus alkalischer Lösung gefällt, da ihre Schwefelmetalle in Wasser löslich sind.

1. Gruppe. Durch $NH^3.CO^2$ entsteht kein Niederschlag, da die kohlensauren Salze in Wasser löslich sind: Kali, Natron, Ammoniak.
2. Gruppe. Durch $NH^3.CO^2$ entsteht ein in Wasser unlöslicher weisser Niederschlag, da die kohlensauren Salze in Wasser unlöslich sind: Baryt, Strontian, Kalk, Magnesia.

II. Klasse. Die Metalloxyde werden durch SH aus saurer Lösung nicht, wohl aber durch NH^4S aus neutraler Lösung, entweder als Schwefelmetalle, oder durch das NH^3 des NH^4S als Oxydhydrate gefällt.

3. Gruppe. Der durch NH^4S entstandene Niederschlag ist löslich in verdünnter Salzsäure: Thonerde, Chromoxyd, Zinkoxyd, Eisen, Mangan, alkalische Erden, gebunden an Phosphorsäure, Oxalsäure, Borsäure, Kieselsäure, Weinsteinsäure.
4. Gruppe. Der durch NH^4S entstandene Niederschlag ist unlöslich in verdünnter Salzsäure: Nickel, Kobalt.

III. Klasse. Die Metalloxyde werden aus saurer und alkalischer Lösung als Schwefelmetalle gefällt, welche in NH^4S unlöslich sind.

5. Gruppe. Die Chlormetalle sind unlöslich in Wasser, es entsteht daher durch HCl in ursprünglicher Lösung ein Niederschlag: Quecksilberoxydul, Silberoxyd, Bleioxyd.
6. Gruppe. Die Chlormetalle sind löslich in Wasser, es entsteht daher durch HCl in ursprünglicher Lösung kein Niederschlag: Quecksilberoxyd, Kupfer, Wismuth, Kadmium.

IV. Klasse. Die Metalloxyde werden durch HS aus saurer Lösung als Schwefelmetalle gefällt, welche in NH^4S löslich sind. Sie fallen daher nicht aus alkalischer Lösung durch NH^4S, wohl aber bei späterem Zusatz von Essigsäure oder HCl.

7. Gruppe. Die Schwefelmetalle sind löslich in NH^4S und kochender verdünnter NO^5 oder HCl: Zinn, Antimon, Arsen.
8. Gruppe. Die Schwefelmetalle sind löslich in NH^4S, aber unlöslich in kochender HCl oder NO^5: Gold, Platin.

§. 20. Ersatz des Schwefelwasserstoffgases durch Schwefelammonium. Die bei der Analyse so häufig wiederkehrenden, zeitraubenden und unangenehmen Entwickelungen von HS lassen es wünschenswerth erscheinen, dieselben möglichst zu vermeiden. Man erreicht dies wenigstens zum Theil, wenn man statt des HS von vorn herein

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

gleich NH^4S zur Trennung der Klassen und Gruppen verwendet. Die Lösung muss in diesem Falle natürlich alkalisch sein. Hierbei werden dann alle auch sonst fällbaren Metalle mit Ausnahme der Arsenik- und Goldgruppe als Schwefelmetalle oder Oxydhydrate gefällt und dann durch HCl in die einzelnen Klassen zerlegt. Arsen und Antimon, durch HS häufig nur schwer vollständig fällbar, werden auf diese Weise viel leichter und sicherer von den übrigen Metallen getrennt. Nickel und Kobalt bleiben, weil ihre Schwefelmetalle in verdünnter, selbst kochender HCl fast ganz unlöslich sind, bei der Kupfergruppe, und werden bei dieser auf die weiter unten angegebene Art gefunden. Im folgenden §. sind nun beide Wege, soweit sie sich von einander unterscheiden, nebeneinander aufgestellt, um die Benutzung des einen, wie des anderen Verfahrens möglich zu machen.

§. 21. Näheres Verfahren zur Auffindung der fraglichen Gruppe.

A. Mit Benutzung des SH. | B. Mit alleiniger Benutzung von NH^4S.

Man löst die Substanz in Wasser. Wenn dies nicht ausreicht, versucht man eine kleine Portion in HCl, löst auch diese nicht, in NO^5 zu lösen. Man bleibt bei dieser zur Auflösung einer grösseren Menge stehen, wenn sie sich als vollständiges Lösungsmittel zeigt, im andern Falle aber kehrt man zur HCl zurück. Wenn man mit Schwefelmetallen zu thun hat, ist NO^5 oder Königswasser vorzuziehen. Es scheidet sich in diesem Falle meist Schwefel ab, der als solcher leicht zu erkennen ist, indem er mit blauer Flamme verbrennt. Die Lösung in HCl würde die Abwesenheit von PbO, AgO, Hg^2O beweisen. Die Lösung in NO^5, während HCl nicht löst, deutet auf diese Oxyde. In diesem Falle versetzt man die Lösung tropfenweise mit HCl, so lange ein Niederschlag entsteht, filtrirt diesen ab, (er enthält die 5. Gruppe), und untersucht ihn nach §. 54. Da PbCl in Wasser nicht ganz unlöslich ist, so hat man darauf später nochmals bei der 6. Gruppe zu untersuchen.

Sollte aber auch mit Säuren keine vollständige Lösung erzielt worden sein, so verdünnt man mit Wasser, und filtrirt den Rückstand, der die 5. Gruppe, sowie überhaupt alle in einfachen Säuren unlöslichen Stoffe enthalten kann. Man behandelt diesen Rückstand dann auf die §. 18. angegebene Art, bringt dadurch die Metalle in Lösung und verfährt dann ganz nach der hier angegebenen Weise.

Durch das Filtrat leitet man HS, bis dasselbe auch nach dem Unschütteln deutlich darnach riecht.	Das Filtrat versetzt man mit NH^3 u. NH^4S, bis dasselbe auch nach dem Umschütteln deutlich darnach riecht.
gefällt werden . . . . . Kl. III. u. IV.	gefällt werden . . . . . Kl. II. u. III.
gelöst bleiben . . . . . Kl. I. u. II.	gelöst bleiben . . . . . Kl. I. u. IV.

Man trennt durch Filtration und wäscht gut aus.

Die Lösung der Kl. I. u. II. versetzt man mit NH^3 u. NH^4S und erwärmt einige Zeit:	Die Lösung Kl. I. u. IV. versetzt man mit Essigsäure oder verdünnter HCl:
gelöst bleibt . . . . . Kl. I.	gelöst bleibt . . . . . Kl. I.
gefällt wird als Schwefelmetalle oder Oxydhydrate . . . . . Kl. II.	gefällt wird als Schwefelmetalle Kl. IV.

Die Lösung der Klasse I. wird nun mit etwas NO^5 gekocht, bis zur vollständigen Verjagung des HS, von dem ausgeschiedenen Schwefel abfiltrirt, mit NH^3 neutralisirt und mit $NH^3.CO^2$ so lange versetzt und erwärmt, als noch ein Niederschlag erfolgt;

Gefällt wird . . . Gruppe 2, ohne Magnesia.
Gelöst bleibt . . . Gruppe 1, und Magnesia.

Die einzelnen Stoffe werden nun aufgefunden nach §. 32.

Den oben durch NH^3 u. NH^4S erhaltenen Niederschlag der Klasse II. versetzt man, nachdem man ihn gut ausgewaschen hat, tropfenweise mit HCl bis zur stark sauren Reaction, rührt einige Zeit um, bis sich der Rückstand, wenn ein solcher bleiben sollte, nicht mehr verändert, filtrirt und wäscht gut aus:	Den oben durch NH^3 u. NH^4S erhaltenen Niederschlag der Klasse II. u. III. versetzt man, nachdem man ihn gut ausgewaschen hat, tropfenweise mit HCl bis zur stark sauren Reaction, rührt einige Zeit um, bis sich der Rückstand, wenn ein solcher bleiben sollte, nicht mehr verändert, filtrirt u. wäscht gut aus:
Ungelöst bleibt . . Gruppe 4.	Ungelöst bleibt . . Gruppe 4, 5, 6.
Gelöst wird . . Gruppe 3.	Gelöst wird . . . Gruppe 3.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

Man verdünnt die Mischung mit Wasser, filtrirt ohne zu erwärmen ab, und wäscht gut aus. Man untersucht nun Gruppe 3 nach §. 40., Gruppe 4 nach §. 48. und, wenn man NH^4S anwendete, Gruppe 4—6, die nicht weiter getrennt werden, nach §. 62.

Der durch HS entstandene, die Schwefelmetalle der Kl. III. u. IV. enthaltende Rückstand wird nun mit NH^4S übergossen und erwärmt*.

Ungelöst bleibt (untersucht nach §. 60. u. 61. . . . . Kl. III.

Gelöst wird . . . . . Kl. IV.

Man filtrirt, wäscht aus, versetzt die Lösung von Kl. IV. mit Essigsäure, fällt sie dadurch als Schwefelmetalle, die man filtrirt, gut auswäscht und mit HCl kocht:

Die durch Essigsäure oder verdünnte Salzsäure in Form von Schwefelmetallen gefällte, von der ersten Klasse durch Filtration getrennte und gut ausgewaschene vierte Klasse wird nun mit Salzsäure anhaltend gekocht:

gelöst wird (und nach §. 71. u. 72. untersucht) Gruppe 7.
ungelöst bleibt (u. n. §. 71. u. 72. untersucht) Gruppe 8.

I. Klasse. Die Metalloxyde werden unter keiner Bedingung durch Schwefelwasserstoff oder Schwefelammonium gefällt.

§. 22. Diese I. Kl. umfasst 2 Gruppen, die der Alkalien und die der alkalischen Erden. Beide werden durch HS und NH^4S weder aus saurer noch aus alkalischer oder neutraler Lösung gefällt, da sie entweder nicht in Schwefelmetalle verwandelt werden, oder, wenn dies ja der Fall ist, diese in Wasser löslich sind. — Die phosphorsauren, weinsteinsauren, oxalsauren und borsauren alkalischen Erden gehören nicht in diese Klasse, da dieselben in stärkeren Säuren gelöst, aber bei Zusatz von NH^3 oder NH^4S durch Neutralisirung der Säure im ursprünglichen Zustande wieder gefällt, also bei Kl. II. gefunden werden.

Das Verhalten der Oxyde zur CO^2 bedingt die weitere Eintheilung in 2 Gruppen, da die kohlensauren Salze der 1. Gruppe in Wasser löslich, die der 2. Gruppe in Wasser unlöslich sind.

Erste Gruppe.

Sie umfasst Kali, Natron und Ammoniak. Fast alle ihre Salze sind in Wasser löslich; ebenso die Schwefelverbindungen. Die Oxydhydrate, die kohlensauren Salze und Schwefelverbindungen reagiren alkalisch. Man erhält also durch HS, NH^4S, HCl und $NH^3.CO^2$ keinen Niederschlag.

§. 24. Kalium.

Platinchlorid unter Zusatz von HCl und Alkohol gibt einen gelben Niederschlag.

Weinsteinsäure oder besser saures weinsteins. Natron in einiger Menge zu einer concentr. und neutr. Kalilösung gefügt, gibt einen weissen, körnig krystall. Niederschl., der durch Schütteln nach einigen Minuten, bei ruhigem Stehen aber erst nach einigen Stunden erscheint. Er ist löslich in starken Säuren, wie in Alkalien, weshalb eine saure Lösung vorher durch $NaO.CO^2$ zu neutralisiren ist, während man zu einer stark alkalischen Lösung die Weinsteinsäure im starken Ueberschuss zu setzen muss.

Löthrohrflamme wird durch reine Kalisalze schwach violett gefärbt. Ein kleiner Kaligehalt wird neben Natron erkannt, wenn die durch beide gefärbte Alkoholflamme durch ein Kobaltglas betrachtet wird, indem nämlich das gelbe Licht der Natronflamme nicht hindurchgeht und nur die violette Flamme des Kali deutlich sichtbar bleibt.

Da Ammoniak sich gegen die angegebenen Reagentien ähnlich wie Kali verhält, so

*) Man thut gut, die Operation erst mit einem Theile des Rückstandes vorzunehmen und das Filtrat mit Salzsäure zu versetzen. Bringt diese nur einen weissen oder schwach gelblichen Niederschlag hervor, so rührt derselbe allein von ausgeschiedenem Schwefel her und die vierte Klasse fehlt ganz. Ist der Niederschlag aber gefärbt, so ist die 4. Klasse ebenfalls vorhanden und man unterwirft dann den ganzen Rückstand derselben Behandlung.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

muss man die auf Kali und Natron zu untersuchende Substanz erst durch Glühen von Ammoniak befreien und die geglühte Masse dann in sehr wenig Wasser lösen, da nur concentrirte Lösungen entscheidende Resultate geben.

§. 25. Natrium.

Löthrohr- und Spiritusflamme ist intensiv gelb gefärbt, namentlich bei Zusatz von etwas HCl. Sicherste Reaction.

Antimonsaures Kali gibt aus neutraler oder nur schwach alkalischer, nicht sehr verdünnter Lösung einen weissen prismatisch-krystallinischen Niederschlag, löslich in $KO.CN^2$. Man muss also vorher durch HCl oder Essigsäure neutralisiren. Aus verdünnten Lösungen bildet er sich erst nach mehreren Stunden, bei starker Verdünnung gar nicht. Aus stark sauren Lösungen muss die Säure vorher durch Eindampfen verjagt, oder mindestens durch etwas $KO.CO^2$ abgestumpft werden. Ein ähnlicher Niederschlag entsteht in Baryt-, Strontian-, Kalk- und Magnesiasalzen, ist aber dann weissflockig, fast körnig.

§. 26. Ammonium.

Aetzkalilösung unter Erwärmung zu Ammoniaksalzen gesetzt, macht das NH^3 frei. Man erkennt es dann leicht am Geruch oder bei geringerer Menge durch die weissen Nebel von Salmiak, die entstehen, wenn man einen mit verdünnter HCl befeuchteten Glasstab über die Lösung bringt. Man prüft auf NH^3 stets die Originalsubstanz.

Platinchlorid und Weinsteinsäure verhalten sich gegen NH^3 wie gegen Kali.

Zweite Gruppe.

§. 27. Sie umfasst Kalk, Baryt, Strontian und Magnesia. Die Chlormetalle der Gruppe sind in Wasser leicht löslich; die Oxyde und Schwefelmetalle noch löslich; die kohlensauren und phosphorsauren Salze sind in Wasser unlöslich. $BaO.SO^3$ u. $SrO.SO^3$ sind in Wasser unlöslich, $CaO.SO^3$ schwerlöslich, $MgO.SO^3$ dagegen leicht löslich. Auf nassem Wege tauschen die mit Säuren verbundenen Oxyde dieser Gruppe unter keiner Bedingung ihren Sauerstoff mit dem Schwefel des HS oder NH^4S um. — Daher entsteht durch HS, NH^4S und HCl kein Niederschlag, wohl aber durch CO^2 und PO^5 Alkalien.

§. 28. Baryum.

Schwefelsäure, sowie $CaO.SO^3$, d. i. Gypswasser, schlagen alle seine Salze als unlöslichen schwefelsauren Baryt weiss nieder. Hauptreaction.

Kieselfluorwasserstoffsäure bringt auch in sauren Lösungen einen fast durchsichtigen, deshalb erst nach längerem Stehen erkennbaren Niederschlag hervor, namentlich bei Zusatz von Alkohol. Die andern Körper dieser Gruppe geben diesen Niederschlag nicht.

Löthrohrflamme wird durch Barytsalze, namentlich durch BaCl gelbgrün gefärbt. Auch hier thut man gut, die in der Regel durch zufälligen Natrongehalt gelbliche Flamme durch ein blaues Kobaltglas zu betrachten.

Kali und Natron geben weissen voluminösen Niederschlag, löslich in vielem Wasser.

Phosphorsaure, borsaure und kohlensaure Alkalien geben weissen Niederschlag; er ist leicht löslich in HCl und wird durch NH^3 wieder gefällt.

Oxalsäure aus concentr. Lösung nur nach längerem Schütteln Niederschlag; er entsteht sofort bei Zusatz von NH^3, oder durch oxalsaures Ammoniak und ist löslich in HCl und Essigsäure.

Weinsteinsäure trübt die Lösungen der Barytsalze nicht; NH^3 im Ueberschuss bringt dann einen anfangs voluminösen Niederschlag hervor, der nach einigem Stehen sehr gering und körnig wird. Auch kohlensaure Alkalien bringen einen voluminösen Niederschlag hervor. Er löst sich in Säuren und wird dann durch NH^3 wieder gefällt.

§. 29. Strontium.

Löthrohr- und Weingeistflamme ist karminroth. Unlösliche Strontiansalze erhitzt man vor dem Löthrohr unter Zusatz von etwas AgCl, um SrCl zu erzeugen und so die Flamme deutlich hervortreten zu lassen. Hauptreaction.

Schwefelsäure und Gypswasser geben in nicht zu concentr. Lösungen erst nach einiger Zeit einen Niederschlag; schneller bei Zusatz von Alkohol.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

Kieselfluorwasserstoffsäure gibt keinen Niederschlag.

Oxalsäure und oxalsaures Ammoniak gibt auch aus ziemlich verdünnten Lösungen einen weissen, in HCl leicht, in Essigsäure wenig löslichen Niederschlag.

Kali, Natron, die PO^5, BO^3 u. CO^2 Alkalien, so wie die Weinsteinsäure, verhalten sich wie zum BaO.

§. 30. Calcium.

Oxalsäure fällt auch sehr verdünnte Lösungen sogleich weiss. Der Niederschlag ist unlöslich in Essigsäure, löslich in Mineralsäuren, weshalb man mit NH^3 neutralisiren muss. Hauptreaction.

Schwefelsäure aus verdünnten Lösungen keinen Niederschlag. Wohl aber bei Zusatz von Alkohol.

Gypswasser und Kieselfluorwasserstoffsäure geben keinen Niederschlag.

Kali, Natron, die PO^5, BO^3, u. CO^2 alkalischen Erden, so wie auch die Weinsteinsäure verhalten sich wie zum Baryt.

Weingeist u. Löthrohrflamme gelbroth, aber nicht charakteristisch.

§. 31. Magnesium.

Phosphorsaures Natron gibt namentlich bei Zusatz von NH^4Cl u. NH^3, auch aus sehr verdünnten Lösungen einen weissen krystallinischen Niederschlag. Durch Erwärmung und Umrühren wird seine Entstehung befördert. Sollte wegen zu starker Verdünnung kein Niederschlag entstehen, so werden doch nach einiger Zeit die Bahnen, die man an der Wand des Gefässes mit dem Glasstab beim Umrühren beschrieben hat, als weisse Striche sichtbar. Hauptreaction.

Kali, Natron und deren kohlensaure Salze bringen in neutralen Lösungen einen weissen Niederschlag hervor, der in Ammoniaksalzen löslich ist, also in deren Gegenwart nicht entsteht oder, wenn er entstanden ist, durch Zusatz derselben wieder gelöst wird. Durch Kochen wird, namentlich bei einigem Ueberschuss des Kali der Niederschlag wieder hervorgebracht, indem NH^3 entweicht.

Ammoniak schlägt aus neutraler Lösung einen Theil der Magnesia nieder; freie Säure oder ein Ammoniaksalz verhindert den Niederschlag.

Kohlensaures Ammoniak gibt in der Kälte keinen Niederschlag; er entsteht aber beim Kochen. Salmiak verhindert seine Entstehung.

Oxalsaures Ammoniak gibt aus ziemlich concentrirter neutraler Lösung einen weissen Niederschlag, dessen Entstehung durch viel NH^4Cl, namentlich unter Zusatz von NH^3 entweder ganz oder doch zum Theil verhindert wird.

Borsaures Natron gibt mit $MgO.SO^3$ beim Erwärmen einen weissen Niederschlag, der durch Zusatz von NH^3 verstärkt, durch HCl wieder gelöst wird, und bei Gegenwart von NH^4Cl nicht entsteht.

Löthrohr. Reine Magnesiasalze werden durch Glühen mit Kobaltlösung blassroth gefärbt. Beimengung anderer Oxyde verhindert die Reaction.

§. 32. Auffindung der Stoffe der ersten und zweiten Gruppe.

Da die Fällung der Magnesia durch NH^3 verhindert wird, so wird man, wenn Körper der ersten und zweiten Gruppe gemischt vorkommen, die Magnesia stets bei denen der ersten Gruppe haben, während CaO, BaO, SrO als CO^2 Salze abfiltrirt werden. Man prüft dann einen Theil der Lösung auf Magnesia durch $NaO.PO^5$, indem man vorher erwärmt:

ein weisser körniger Niederschlag beweist Magnesia.

Den übrigen Theil der Lösung dampft man ein, glüht, übergiesst mit SO^3, glüht wieder, zersetzt die gebildeten schwefelsauren Salze durch essigsauren Baryt, filtrirt den $BaO.SO^3$ und verwandelt durch Glühen die essigsauren Salze in kohlensaure. Man kocht diese mit wenig Wasser und löst so die kohlensauren Alkalien, während $MgO.CO^2$ ungelöst bleibt. Die abfiltrirte Lösung wird mit Alkohol u. Platinchlorid versetzt:

ein gelber Niederschlag beweist Kali.

Ein anderer Theil der Lösung wird mit Alkohol versetzt und angezündet:

die gelbgefärbte Flamme beweist Natron.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

Sollte Magnesia nicht vorhanden sein, $NaO.PO^5$ also keinen Niederschlag gegeben haben, so fällt der Zusatz von SO^3 und essigsaurem Baryt weg, die vorhandenen kohlensauren Alkalien werden einfach eingedampft, durch Glühen NH^3 verjagt und Kali und Natron wie vorher erkannt. Aus der Originalsubstanz wird nachgewiesen: Ammoniak.

Man erkennt es durch Zusatz von Kali am Geruch, oder mittelst eines mit HCl befeuchteten Glasstabes durch die weissen Salmiaknebel.

Die kohlensauren alkalischen Erden bilden die zweite Gruppe. Um sie zu trennen, löst man in sehr wenig HCl, und theilt die Lösung in 4 Theile. Zu einem Theile setzt man SO^3, verdünnt mit vielem Wasser, und filtrirt. Die filtrirte Lösung wird mit NH^3 u. Oxalsäure versetzt und erwärmt: ein weisser Niederschlag beweist Kalk.

Zum zweiten Theile setzt man Gypswasser: entsteht sofort ein Niederschlag, so können alle 3 Stoffe, entsteht er erst nach einiger Zeit, so können nur Strontian u. Kalk, entsteht gar kein Niederschlag, so kann nur Kalk vorhanden sein.

Den dritten Theil der Lösung versetzt man mit Kieselfluorwasserstoffsäure und etwas Alkohol und schüttelt stark. Entsteht nach einiger Zeit

ein weisser Niederschlag, so beweist er Baryt.

Man lässt vollständig absetzen, filtrirt und versetzt das Filtrat mit Gypswasser:

ein weisser Niederschlag beweist Strontian.

Den vierten Theil der Lösung versetzt man mit Alkohol und zündet diesen an:

die rothgefärbte Flamme beweist Strontian.

Man kann die alkalischen Erden auch dadurch trennen, dass man zuerst Baryt durch Kieselfluorwasserstoffsäure und Alkohol fällt, darauf filtrirt, nun durch $KO.SO^3$ und zieml. viel Wasser den Strontian niederschlägt und wieder filtrirt, endlich in dem neuen Filtrat durch oxalsaures Ammoniak den Kalk erkennt.

Wenn die alkalischen Erden und Magnesia an PO^5, BO^3, Oxalsäure u. Weinsteinsäure gebunden sind, so werden sie durch starke Säuren zwar gelöst aber durch NH^3 wieder gefällt, treten also mit der 2. Klasse und zwar in der 3. Gruppe auf. Sie werden nach §. 40—44. untersucht. Schwefelsaure alkalische Erden werden durch Wasser oder Säuren nicht gelöst, finden sich also unter den in Wasser und einfachen Säuren unlöslichen Stoffen. Sie werden nach §. 18. in Lösung gebracht und dann wie eben angegeben behandelt.

II. Klasse. Die Metalloxyde werden durch HS aus saurer Lösung nicht, wohl aber aus alkalischer Lösung durch NH^4S entweder als Schwefelmetalle oder durch dessen NH^3 als Oxydhydrate gefällt.

§. 33. Hierher gehören die Oxyde des Zn, Mn, Fe, Ni, Co, so wie Al^2O^3, Cr^2O^3 und die PO^5, BO^3, SiO^3, oxalsauren und weinsteinsauren alkalischen Erden. Von diesen Stoffen fallen Al^2O^3 und Cr^2O^3 durch das NH^3 des NH^4S als Oxydhydrate, während HS unzersetzt entweicht. Zn, Fe, Mn, Ni und Co werden als Schwefelmetalle gefällt. Da aber diese durch freie Säuren unter Bildung von HS zersetzt werden, so können ihre Oxyde eben nur aus alkalischer oder neutraler Lösung gefällt werden, indem die freie Säure durch das NH^3 gebunden wird. Die hierher gehörigen alkalischen Erden werden nur durch das NH^3 in ihrer ursprünglichen Form niedergeschlagen. — Je nach der Löslichkeit oder Unlöslichkeit des Niederschlages in verdünnter HCl erhält man zwei Gruppen.

§. 34. **Dritte Gruppe.** Der Niederschlag durch NH^4S ist löslich in verdünnter HCl.

Diese Gruppe umfasst Al^2O^3, Cr^2O^3, ZnO, Fe^2O^3, FeO, MnO, so wie die PO^5, BO^3, SiO^3, oxalsauren und weinsteinsauren alkalischen Erden. Die Oxydhydrate sind theils in Kali löslich, wie Al^2O^3, Cr^2O^3 und ZnO, theils unlöslich, wie MnO, die Eisenoxyde und die phosphorsauren etc. alk. Erden.

§. 35. Aluminium.

Farblose, theils in Wasser unlösliche, theils lösliche und dann saure Salze. In denselben entsteht durch

Kali und Natron ein weisser gallertartiger Niederschlag, der sich im Ueberschuss des Fällungsmittels oder in Säuren leicht löst. Durch vorsichtiges Neutralisiren mit HCl

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

und Uebersättigen mit NH^3 oder durch Zusatz von viel NH^4Cl wird $Al^2O.HO$ wieder gefällt. Hauptreaction.

Wenn Thonerdesalze mit nicht flüchtigen organischen Substanzen, namentlich mit Weinsteinsäure oder Zucker gemengt sind (sie werden schon bei den Vorprüfungen §. 8, e gefunden), so entstehen darin durch Alkalien keine Niederschläge. Man muss dann die Substanzen, behufs der Prüfung auf Thonerde verkohlen, den Rückstand mit HCl auskochen, die Lösung filtriren und dann erst auf Thonerde prüfen.

Löthrohr: Thonerde, oder eine von andern Oxyden ziemlich freie Verbindung derselben, auf Kohle geglüht, gibt eine tiefblaue ungeschmolzene Masse. Es ist hierbei zu beachten, dass namentlich SiO^3 dieselbe Reaction gibt, weshalb man sich von der Abwesenheit derselben überzeugen muss.

§. 36. Chrom.

Die Chromverbindungen sind erkennbar durch ihre intensiven Farben, die für das Cr^2O^3 grün oder violett, für die CrO^3 gelb oder roth sind.

a) Cr^2O^3, geglüht grün, unlöslich in Säuren, als Hydrat graugrün, löslich in Säuren.

Kali und Natron fällt graugrünes $Cr^2O^3.HO$, löslich mit grüner Farbe im Ueberschuss, dann wieder gefällt durch anhaltendes Kochen oder durch Erhitzen mit Salmiaklösung. Wenn neben Cr^2O^3 noch viel ZnO in Lösung ist, so entsteht durch Natronlauge ein Niederschlag, der sich im Ueberschuss des Fällungsmittels nicht, oder doch erst in sehr grosser Menge von Natron löst.

Ammoniak fällt ebenfalls $Cr^2O^3.HO$, welches sich im Ueberschuss zu einer rothen Flüssigkeit löst, durch Kochen aber wieder vollständig gefällt wird. Organische Säuren, namentlich Weinstein-, Essig- und Oxalsäure verhindern die Fällung. Es gilt also hier das bei der Thonerde Gesagte.

Hat man es mit stark geglühtem, daher unlöslichem Cr^2O^3 zu thun, oder mit Chromeisenstein und ähnlichen Verbindungen, so schmilzt man nach §. 18. mit einem Gemenge von $NaO.CO^2$ und $NaO.NO^5$ löst das entstandene $NaO.CrO^3$ in Wasser und erkennt die CrO^3 wie im Folgenden angegeben ist.

b) CrO^3, roth, bildet rothe oder gelbe in Wasser meist unlösliche Salze, wird durch Kochen mit HCl und Alkohol in grünes Cr^2Cl^3 verwandelt und verhält sich dann wie Cr^2O^3. Ebenso werden die chromsauren Salze durch HS reducirt und die CrO^3 in Cr^2O^3 übergeführt.

Essigsaures Bleioxyd fällt gelbes $PbO.CrO^3$, unlöslich in NO^5, löslich in Kali namentlich beim Erwärmen und durch Ammoniak roth gefärbt.

Salpetersaures Silberoxyd fällt dunkelpurpurrothes $AgO.CrO^3$.

Chlorbaryum fällt gelben chroms. Baryt.

Löthrohr. Mit Borax oder besser Phosphorsalz geschmolzen, bildet Chrom ein smaragdgrünes Glas.

§. 37. Zink.

Farblose, in Wasser meist lösliche und saure Salze, die durch HS aus sauren Lösungen nicht, wohl aber aus alkalischen als ZnS weiss gefällt werden. Ebenso durch NH^4S. Essigsaures Zinkoxyd wird auch durch HS gefällt.

Kali und Natron fällen weisses $ZnO.HO$, löslich im Ueberschuss des Fällungsmittels. Er wird durch Salmiak oder durch Kochen nicht wieder gefällt. Unterschied von der Al^2O^3 und Cr^2O^3.

Abweichend ist das Verhalten des ZnO zu Kali und Natron, wenn es zugleich mit Cr^2O^3 in Lösung ist. Ist nämlich das Cr^2O^3 bedeutend vorherrschend, so löst sich zwar das ZnO in Ueberschuss von Natronlauge mit dem Cr^2O^3 wieder auf, wird aber beim Kochen der Lösung mit diesem zugleich wieder gefällt, so dass das Filtrat kein ZnO enthält. Ist dagegen das ZnO vorherrschend oder doch in bedeutender Menge vorhanden, so wird es mit dem Cr^2O^3 durch das Natron gefällt und löst sich dann nicht, oder doch nur sehr schwer in Natron.

Ammoniak gibt denselben im Ueberschuss löslichen Niederschlag, der aber beim Kochen durch Verjagung des NH^3 wieder gefällt wird.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

Kohlensaure Alkalien fällen weisses $ZnO.CO^2$, unlöslich im Ueberschuss von $NaO.CO^2$ oder $KO.CO^2$, löslich aber in NH^3 und $NH^3.CO^2$, in deren Gegenwart es überhaupt nicht entsteht.

Löthrohr. Mit Soda auf Kohle in der inneren Flamme behandelt, geben Zinkverbindungen ein Metallkorn und um die Probe einen weissen Beschlag, der mit $CoO.NO^5$ befeuchtet in der äusseren Flamme grün wird. Das reine Oxyd wird beim Glühen gelb und beim Erkalten wieder weiss.

§. 38. Eisen.

a) Eisenoxydul. Eisenoxydulhydrat frisch gefällt weisser, voluminöser Niederschlag, der sich an der Luft schnell höher oxydirt, schmutzig grün und endlich braun färbt. Die Salze blaugrün, im wasserfreien Zustande weiss. Schwefelwasserstoff fällt angesäuerte Oxydulsalze gar nicht, essigsaures Eisenoxydul theilweise. Schwefelammonium fällt die neutralen Lösungen vollständig als schwarzes in verdünnter HCl lösliches FeS. Aetzende Alkalien fällen weisses FeO.HO, welches durch Sauerstoffaufnahme schnell schmutzig grün und braun wird. Ammoniaksalze verhindern anfangs die Fällung, jedoch bildet sich der Niederschlag beim längeren Stehen an der Luft. Gallustinctur kein Niederschlag; bei Spuren von Oxydsalzen blauschwarze Färbung. Kaliumeisencyanür hellblauer, an der Luft nachdunkelnder Niederschlag. Kaliumeisencyanid dunkelblauer Niederschlag. Schwefelcyankalium keine Färbung.

b) Eisenoxyd. Eisenoxydhydrat gelbbraun, wasserfrei rothbraun oder schwarz (dann pulverförmig blutroth). Die Salze gelb oder braunroth, wasserfrei weiss; geben geglüht ihre Säure ab. Schwefelwasserstoff reducirt die Oxydsalze zu Oxydulsalzen unter Abscheidung von Schwefel, indem sich HS zersetzt. Schwefelammonium verhält sich wie zum Eisenoxydul. Aetzende Alkalien fällen Eisenoxydhydrat rothbraun. Gallustinctur, blauschwarzer Niederschlag, löslich in Säuren. Kaliumeisencyanür dunkelblauer Niederschlag. Kaliumeisencyanid färbt die Lösung nur dunkler, gibt aber keinen Niederschlag. Er entsteht sofort, wenn Spuren von Oxydulsalz vorhanden sind. Schwefelcyankalium intensiv blutrothe Färbung.

Löthrohr. In der äusseren Flamme mit Borax oder Phosphorsalz rothe, beim Erkalten hellere Perle; in der inneren Flamme grün, beim Erkalten fast verschwindend.

Verbindungen von FeO und Fe^2O^3, z. B. Magneteisen, Hammerschlag, Gemenge von Oxydul- und Oxydsalzen untersucht man in der Art auf ihre Gemengtheile, dass man in einen langhalsigen Kolben etwas Marmor und HCl bringt, durch die CO^2 die Luft austreibt, nun von der zu prüfenden Substanz zusetzt und in der überschüssigen HCl löst. Man theilt die Lösung dann in 2 Theile, verdünnt mit Wasser und überzeugt sich in der einen Hälfte durch Zusatz von Kaliumeisencyanid von der Gegenwart des FeO, in der andern durch Schwefelcyankalium vom Fe^2O^3.

§. 39. Mangan.

Mangan kommt nur als MnO zur Untersuchung, da seine Oxydsalze, Säuren, das MnO und MnS durch die Behandlung mit HCl oder HS in Oxydulsalze verwandelt werden.

Die Lösungen der Oxydulsalze sind farblos oder blassrosa, die der Oxydsalze dunkler, die mangansauren Salze grün, der übermangansauren Salze purpurroth.

Schwefelwasserstoff erzeugt in saurer und neutraler Lösung keinen Niederschlag.

Schwefelammonium fällt fleischrothes MnS, welches sich an der Luft bräunt.

Kali und Natron fällen weisses MnO.HO, unlöslich im Ueberschuss und an der Luft sich bräunend. Salmiaklösung hindert den Niederschlag nur theilweise.

Ammoniak fällt weisses MnO.HO; Salmiak verhindert die Fällung und löst den entstandenen, noch nicht höher oxydirten Niederschlag wieder auf.

Organische, nicht flüchtige Substanzen verhindern die Fällung der Oxydulsalze durch Alkalien. Man zerstört sie in diesem Falle durch Glühen, zieht die Masse mit HCl aus und weist das Mangan in der Lösung nach.

Löthrohr: Borax und namentlich Phosphorsalz geben in der inneren Flamme eine violett- oder amethystfarbige Perle, die in der äusseren Flamme farblos wird. Mangansalz mit etwas $KO.NO^5$ oder $KO.ClO^5$ und Soda auf einem Platinblech geschmolzen, gibt selbst bei Gegenwart anderer Oxyde grünes mangansaures Natron. Hauptreaction.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

§. 40. Auffindung der einzelnen Stoffe der dritten Gruppe.

Nachdem man nach §. 21. die Stoffe der dritten Gruppe (Al^2O^3, ZnO, Cr^2O^3, MnO, FeO, Fe^2O^3, phosphorsaure u. s. w. alkalische Erden) von den übrigen Gruppen getrennt und durch verdünnte HCl in Lösung gebracht hat, schreitet man nun zur Trennung der einzelnen Stoffe, wobei namentlich die Gegenwart der alkalischen Erden einige Abweichungen im Gange der Untersuchung veranlasst.

Man beachtet hierbei zunächst die Farbe des mit NH^4S erhaltenen Niederschlages. Fällte man von vornherein mit NH^4S aus alkalischer Lösung, so dass der erhaltene Niederschlag die Stoffe der II. und III. Klasse enthielt, so ist dessen Farbe natürlich nicht maassgebend. Man versetzt in diesem Falle eine Probe der salzsauren Lösung der dritten Gruppe mit NH^3 und NH^4S und betrachtet nun die Farbe des jetzt erhaltenen Niederschlages.

A) ein weisser oder hellfleischfarbener Niederschlag kann nur Zink, Thonerde, Mangan und phosphorsaure Erden enthalten,

B) ein grüner Niederschlag enthält Chrom (oder Spuren von Eisen) und kann die vorigen Stoffe enthalten,

C) ein schwarzer Niederschlag enthält Schwefeleisen, dessen schwarze Farbe die vorigen Stoffe verdecken kann.

§. 41. A) Der Niederschlag ist hellfarbig. Man erwärmt die salzsaure Lösung bis alles HS verjagt ist, filtrirt nöthigenfalls, und versetzt nun mit Natronlauge im Ueberschuss:

es fallen . . . . die phosphorsauren u. s. w. Erden und Manganoxydul,
gelöst bleiben . . Zinkoxyd und Thonerde.

Man filtrirt, versetzt das Filtrat mit HCl im Ueberschuss, dann mit NH^3 im geringen Ueberschuss; entsteht dadurch ein Niederschlag, so beweist er Thonerde*). Man filtrirt die Flüssigkeit von demselben ab und versetzt sie mit einigen Tropfen NH^4S, oder versetzt, wenn gar kein Niederschlag entstand, die klar gebliebene Lösung sogleich mit etwas NH^4S, schüttelt gut um und stellt bei Seite; ein nach einiger Zeit entstehender weisser Niederschlag beweist Zink.

Der in Natronlauge unlösliche Rückstand wird zunächst vor dem Löthrohr auf Mangan geprüft; ist dies vorhanden, so wird der ganze Rückstand in HCl gelöst, mit NH^4Cl versetzt und mit NH^3 übersättigt:

es fallen . . . die alkalischen Erden,
gelöst bleibt . . MnO und kann, nachdem man filtrirt hat, durch NH^4S gefällt werden.

Die alkalischen Erden, nachdem man sie von Mangan getrennt hatte, oder wenn sie ohne Mangan vorhanden waren, werden in Essigsäure oder verdünnter HCl gelöst. (Ungelöst bleibt oxalsaurer Kalk; er wird abfiltrirt; schwach geglüht gibt er $CaO.CO^2$). Die Lösung in HCl oder Essigsäure wird so lange mit Natron versetzt, bis ein Niederschlag eben zu entstehen anfängt, darauf essigsaures Eisenoxyd (durch Vermischen von essigsaurem Natron und Eisenchlorid bereitet) tropfenweise zugesetzt, bis der anfangs weisse, dann bräunlich rothe Niederschlag sich nicht weiter vermehrt. Man kocht auf und filtrirt: Das Filtrat enthält die alkalischen Erden, siehe §. 32. Das Filtrum enthält basisch phosphorsaures Eisenoxyd. Es wird gut ausgewaschen, mit sehr verdünntem NH^4S geschüttelt und das FeS abfiltrirt, das Filtrat dann mit $MgO.SO^3$ versetzt: ein weisser Niederschlag beweist Phosphorsäure.

§. 42. B) Der Niederschlag ist grün. Man erwärmt die salzsaure Lösung, bis alles HS verjagt ist. Erscheint die Lösung jetzt ungefärbt, so rührte die grüne Farbe von Spuren von Eisen her und die weitere Untersuchung weicht dann nicht von der unter §. 41. ab. Ist die Lösung aber intensiv grün, so ist Chrom vorhanden. Man übersättigt dann eine kleine Probe mit Natronlauge ohne Erwärmung:

---

*) Enthält die Lösung Kieselsäure, so kann der für Thonerde gehaltene Niederschlag auch Kieselsäure sein. Man prüft daher mit Phosphorsalz in der inneren Flamme. Findet man die Kieselsäure hierdurch, so schmilzt man den ganzen Niederschlag im Platintiegel mit zweifach schwefelsaurem Kali und löst ihn dann in Salzsäure. Thonerde wird gelöst und durch Ammoniak gefällt, Kieselsäure aber bleibt ungelöst.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

α. Der entstandene Niederschlag löst sich mit tief grüner Farbe wieder auf — dann enthält die Lösung nur Chromoxyd, Zink und Thonerde. Man kocht nun anhaltend, fällt dadurch das Chromoxyd, wobei sich die Lösung entfärbt, filtrirt es ab und prüft das Filtrat wie §. 41. durch Uebersättigen mit HCl und Zusatz von NH^3 auf Thonerde, Kieselsäure und Zink.

β. Der entstandene Niederschlag löst sich in überschüssiger Natronlauge unvollständig auf — dann hat man auch die alkalischen Erden zu berücksichtigen und verfährt nun mit der ganzen Lösung nach §. 44. β.

§. 43. C) Der Niederschlag ist schwarz. Man erwärmt die salzsaure Lösung bis zur Verjagung von HS.

α. Die Lösung ist farblos, also frei von Chrom. Man kocht sie mit etwas NO^5 oder $KO.ClO^5$ bis zur Bildung von Fe^2Cl^3, prüft eine Probe der Lösung zunächst mit Blutlaugensalz auf Eisen, und versetzt dann mit Natron im Ueberschuss, wodurch Zink und Thonerde in Lösung bleiben, die abfiltrirt und dann nach §. 41. erkannt werden. Der gut ausgewaschene Rückstand wird nun in HCl gelöst u. mit Natron schwach alkalisch gemacht, wobei ein Niederschlag zu vermeiden ist. Man fügt nun essigsaures Natron hinzu:

Rothe Färbung ohne Niederschlag deutet auf Eisen, ohne, oder doch ohne erhebliche Mengen von alkalischen Erden.

Rothe Färbung und gleichzeitiger Niederschlag deutet auf Eisen und phosphorsaure Erden.

Sollte der im letzteren Falle entstandene Niederschlag hell gefärbt sein, so muss man annehmen, dass das vorhandene Fe^2O^3 zur vollständigen Zerlegung der alkalischen Erden nicht ausreichend war. Man fügt nun vorsichtig noch so viel essigsaures Eisenoxyd hinzu, bis der Niederschlag bräunlichroth erscheint, kocht einige Zeit und filtrirt noch heiss. Es ist nun alles Fe^2O^3 mit der PO^5 im Niederschlage, während Mangan und die alkalischen Erden als essigsaure Salze sich in Lösung befinden. Man versetzt nun das Filtrat mit NH^3 im Ueberschuss und NH^4S: Gefällt wird MnS und FeS, wenn man vorher etwa zu viel Eisenlösung zugesetzt hatte. Auch ZnS kann noch gefällt worden sein, da sich das Zink neben dem Eisen selten vollständig in Natronlauge löst. Man wird also unter allen Umständen den für MnS gehaltenen Niederschlag noch durch das Löthrohr prüfen.

Die abfiltrirte Lösung wird wie gewöhnlich nach §. 32. auf CaO, BaO, SrO, MgO geprüft.

Die an das Eisen gebundene PO^5 wird wie unter §. 41. A. gefunden.

§. 44. β. Die salzsaure Lösung des Schwefelammonium-Niederschlages ist intensivgrün, enthält also Chrom. Man hat demnach auf alle zur dritten Gruppe gehörigen Stoffe Rücksicht zu nehmen, also auf Eisen, Zink, Mangan, Chrom, Thonerde, und auf die alkalischen Erden, gebunden an PO^5, BO^3, Oxalsäure und in seltenen Fällen auch auf andere organische Säuren, sowie auf SiO^3 und Fl.

Man kocht die salzsaure Lösung unter Zusatz von NO^5 bis zur Oxydation des Eisens und Verjagung von HS. Von der Gegenwart der alkal. Erden überzeugt man sich an einer Probe durch Zusatz von Alkohol und SO^3, die einen weissen Niederschlag geben müssen, und setzt in diesem Falle zur ganzen Lösung SO^3 und Alkohol, um CaO, BaO u. SrO zu fällen. Sie werden abfiltrirt, mit $NaO.CO^2$ gekocht, dadurch in kohlensaure Erden verwandelt und nach §. 32. weiter untersucht.

Nach Fällung derselben bleiben in Lösung: Zink, Eisen, Chrom, Mangan, Thonerde, Magnesia und die Säuren. Man erhitzt diese Lösung zur Verjagung des Alkohol und versetzt mit Ammoniak im Ueberschuss und filtrirt.

A. gelöst bleiben Mangan, Zink, freie Phosphorsäure, Borsäure, Oxalsäure.

B. gefällt werden Eisen, Chrom, Thonerde, phosphors. Magnesia.

Die Lösung A. kocht man anhaltend mit Kali; entsteht dadurch ein weisser, sich an der Luft bräunender Niederschlag, so ist dieser $Mn^2O^3.HO$; man filtrirt ihn ab und prüft ihn noch vor dem Löthrohr, nach §. 39. Die abfiltrirte Flüssigkeit versetzt man mit NH^4S: ein weisser Niederschlag beweist Zink. Die hiervon abfiltrirte Lösung enthält nun noch die mit den alkalischen Erden verbunden gewesenen Säuren. Sie wird anhaltend gekocht und in folgender Art untersucht.

a) Man versetzt eine Lösung von molybdänsaurem Ammoniak mit HCl im Ueberschuss,

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

kocht und fügt etwas von der zu untersuchenden Flüssigkeit hinzu: ein gelber Niederschlag, oder bei sehr geringer Menge eine gelbe Färbung beweist Phosphorsäure.

b) Ein anderer Theil der Lösung wird mit viel Alkohol versetzt und entzündet, die grüngefärbte Alkoholflamme beweist Borsäure.

c) Der Rest wird mit Essigsäure und Gipswasser versetzt, ein weisser Niederschlag beweisst Oxalsäure.

d) Eine Probe der salzsauren Originallösung verdampft man im Wasserbade zur Trockne und löst wieder in HCl. Kieselsäure bleibt jetzt ungelöst zurück.

Der unter B erhaltene Niederschlag wird nun anhaltend mit Kalilauge gekocht, und dadurch die Al^2O^3 gelöst und der MgO die PO^5 entzogen. Beim Filtriren bleiben also Cr^2O^3, Fe^2O^3 und MgO ungelöst, während PO^5 und Al^2O^3 in Lösung gehen. Man prüft das Filtrat durch Zusatz von Salmiak oder vor dem Löthrohr nach § 35. auf Thonerde, filtrirt den entstandenen Niederschlag ab und prüft das nun erhaltene Filtrat mit molybdänsaurem Ammoniak auf Phosphorsäure.

Der aus Fe^2O^3, Cr^2O^3 und MgO bestehende Rückstand wird in HCl gelöst, eine Probe davon mit Blutlaugensalz versetzt und durch den blauen Niederschlag Eisen bestimmt nachgewiesen. Den Rest versetzt man mit NH^3 im Ueberschuss und filtrirt. Es fallen Eisenoxyd und Chromoxyd, gelöst bleibt Magnesia und wird durch Zusatz von $NaO.PO^5$ am weissen Niederschlag erkannt. Das Gemenge von Fe^2O^3 und $Cr^2.O^3$ schmilzt man mit $NaO.CO^2$ und $NaO.NO^5$ und kocht die geschmolzene Masse mit Wasser: eine gelbe Lösung, die mit essigsaurem Bleioxyd einen gelben Niederschlag giebt, beweist Chrom.

Zu bemerken ist, dass die Prüfung auf Eisen und Chrom eigentlich ganz überflüssig ist, da die schwarze Farbe des ursprünglichen Schwefelammoniumniederschlages schon die Gegenwart von Eisen, die satt grüne Färbung der Lösung aber das Chrom hinlänglich verrathen haben.

Sind alkal. Erden nicht vorhanden, so fällt natürlich der Zusatz von Schwefelsäure und Alkohol weg; alles Uebrige bleibt gleich.

Vierte Gruppe.

§. 45. Umfasst nur Ni und Co. Beide werden aus sauren Lösungen durch HS nicht gefällt, wohl aber aus alkalischen durch NH^4S. Die Schwefelmetalle sind in verd. HCl unlöslich, die Chloride in Wasser löslich. Daher geben HCl und HS keinen, NH^4S einen schwarzen N., der in verd., auch kochender HCl unlöslich, in Königsw. löslich ist.

§. 46. Nickel.

Salze gewässert grün, wasserfrei gelb; NiO gelbgrün; NiO.HO apfelgrün, Ni^2O^3 schwarz. HS fällt nur das essigs. Salz, NH^4S fällt alle alkal. Lösungen; der N. ist schwarz in HCl unlöslich, die darüber stehende Flüssigkeit von etwas NiS stets dunkel gefärbt. KO und NaO geben apfelgrünen N., blau lösl. in $NH^3.CO^2$ und dann durch KO wieder grüngelb gefällt. NH^3 hellgrünen N., im Ueberschuss blau löslich. KCy grünweisser N., im Ueberschuss lösl., durch Säuren wieder gefällt. $KO.NO^3$ kein N. Boraxperle in der äuss. Fl. violett, kalt rothbraun, in der inn. Fl. grau und trübe, endlich farblos.

§. 47. Kobalt.

Salze roth, selten blau; CoO grün, CoO.HO rosa, Co^2O^3 schwarz. HS fällt nur das essigs. Salz, NH^4S fällt alle alkal. Lösungen; der N. ist schwarzbraun, unlösl. im Ueberschuss und in HCl. — KO und NaO geben blauen, beim Kochen rosenrothen N., violett löslich in $NH^3.CO^2$ und dann durch KO wieder blau gefällt, während die Flüssigkeit violett gefärbt bleibt. NH^3 färbt saure Lösungen roth, fällt neutrale blau, im Uebersch. mit röthlicher Farbe löslich. Oxalsäure und oxals. Kali rosenrother N. KCy schmutzig gelber, im Uebersch. löslicher N., durch Säuren nicht wieder gefällt. $KO.NO^3$ unter Zusatz von Essigs. gibt in der Wärme gelben N., als Unterschied vom Nickel. Boraxperle stets blau.

§. 48. Auffindung von Nickel und Kobalt.

I.) Bei Benutzung von HS. Nachdem man aus saurer Lösung durch HS Classe III. u. IV. gefällt und abfiltrirt, aus dem Filtrat dann nach Zusatz von NH^3 und NH^4S die Cl. II. gefällt und abfiltrirt hat, versetzt man diesen Niederschlag mit verd. HCl. in der Kälte. Es

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

löst sich dadurch die dritte Gruppe, während NiS und CoS ungelöst bleiben. — Diesen Niederschl. löst man durch Kochen in möglichst wenig Königswasser und kann nun die beiden Metalle auf verschiedene Weise trennen.

a) Man kocht die saure Lösung mit KCy im Ueberschuss, bis sich der N. wieder gelöst hat, und versetzt mit HCl. Entsteht ein grüner N., so beweist er Nickel; entsteht kein N., so kann nur Kobalt vorhanden sein und wird dann durch die blaue Färbung der Boraxperle erkannt.

b) Versetzt man die Lösung mit ziemlich viel $KO.NO^3$, dann mit Essigsäure bis zur stark sauren Reaction, und lässt sie dann längere Zeit (mindestens 12 Stunden) warm stehen. so scheidet sich gelbes Kobaltoxydkali ab, und wird abfiltrirt, während aus dem Filtrat Nickel durch NaO oder NH^4S gefällt wird.

c) Man versetzt die Lösung mit NH^3 bis sich der entstandene N. wieder gelöst hat, fügt dann Kali im starken Ueberschuss hinzu. NiO.HO wird gefällt, während CoO mit dem NH^3 als Doppelsalz in Lösung bleibt.

Mag man die eine oder die andere Methode der Trennung angewendet haben, immer ist es nöthig, noch mit dem Löthrohr zu prüfen.

II.) Bei Anwendung von NH^4S werden nach §. 21 die Gr. 3—6 aus alkal. Lösung gefällt, dann Gr. 3 durch verd. HCl wieder gelöst. NiS und CoS bleiben also mit Gr. 5 bis 6 verbunden, werden nach §. 62 von diesen getrennt und wie oben nach Nr. I erkannt.

Klasse III. Die Metalloxyde werden durch HS aus saurer und alkalischer Lösung als Schwefelmetalle gefällt, welche in NH^4S unlöslich sind.

Die III. Cl. umfasst Hg, Ag, Pb, Cu, Bi, Cd, deren lösl. Verbindungen sämmtlich durch HS als Schwefelmetalle niedergeschlagen werden. Der N. erfolgt aus jeder Lösung, mag sie sauer oder alkalisch sein, und wird von verdünnten Säuren nicht wieder aufgelöst. Diese Klasse ist also dadurch unterschieden von Cl. II., deren Metalle ja nur aus alkal. Lösungen durch NH^3 und NH^4S gefällt und dann durch Säuren wieder gelöst wurden. Der Niederschlag ist unlöslich in den löslichen Schwefelbasen, z. B. in KS oder NH^4S. Man erhält also auch in alk. Lösungen durch NH^4S denselben N. von Schwefelmetallen. Es ist dadurch diese Classe verschieden von Cl. IV., deren Schwefelmetalle in Schwefelalkalien löslich sind. Die Metalle dieser Classe werden daher von allen übrigen getrennt, in dem man entweder aus sauren Lösungen die Schwefelmetalle durch HS fällt und die gleichzeitig mitgefällten Schwefelmetalle der Cl. IV. durch Erwärmen mit NH^4S wieder löst und abfiltrit, — oder in dem man die alkalische Lösung durch NH^4S fällt und die gleichzeitig mitgefällte zweite Classe durch verdünnte HCl löst und abfiltrirt. In diesem letzten Falle bleiben jedoch NiS und CoS mit Cl. III verbunden. Die Chlormetalle sind theils löslich in Wasser, theils unlöslich, wodurch die Trennung in die fünfte und sechste Gruppe bedingt wird.

Fünfte Gruppe.

§. 50. Sie umfasst Pb, Ag, Hg^2O und die diesen entsprechenden Verbindungen. Da PbCl, AgCl und Hg^2Cl in Wasser unlöslich sind, so erhält man sie als weissen Niederschlag, wenn man zur wässr. oder salpeters. Lösung der Salze HCl hinzufügt. Man trennt dadurch diese Gruppe von allen übrigen.

§. 51. Silber.

Salze farblos ($AgO.CrO^3$ roth), werden durch Glühen, so wie vor dem Löthrohr mit Soda reducirt zu einem dehnbaren Metallkorn. Durch Zn, Fe, Cu, essigsaures Eisenoxydul, SO^2 und viele org. Verbindungen wird das Silber metallisch gefällt. HS und NH^4S fällen schwarzes AgS, löslich in NO^5; HCl fällt weisses AgCl, am Lichte sich schwärzend, löslich in NH^3, welches auch in andern Salzen einen im Uebersch. sich leicht lösenden braunen N. hervorbringt.

§. 52. Blei.

Die Salze meist weiss, die Oxyde gelb, roth oder braun, HS und NH^4S fällen schwarzes PbS; bei viel freier HCl ist der N. erst roth, später schwarz. Mit NO^5 gekocht bildet er lösliches $PbO.NO^5$ und unlösliches $PbO.SO^3$. Ebenso gibt SO^3 weisses, in Säuren unlösl.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

$PbO.SO^3$. welches durch Kochen mit Soda in $PbO.CO^2$ verwandelt wird. HCl gibt weisses PbCl, unlösl. in NH^3, lösl. in viel. Wasser und heisser HCl. Alkalien geben weissen N., lösl. im Uebersch. von Kali. $KO.CrO^3$ gelber N. — Löthrohr: die Salze durch Soda auf Kohle reducirt, geben ein geschmeidiges Metallkorn, mit gelbem Beschlag.

§. 53. Quecksilberoxydul.

Hg^2O schwarz, seine neutr. Salze farblos, die basischen gelb; HS und NH^4S fällen Hg^2S schwarz, unlöslich in NO^5, löslich in Königswasser. HCl fällt Hg^2Cl weiss, durch NH^3 geschwärzt. Alkalien geben einen schwarzen, $KO.CrO^3$ einen rothen N. Kupfer amalgamirt sich auch in verdünnten Lösungen. SnCl mit solchen Lösungen gekocht, gibt grauen N., der mit HCl gekocht, sich zu metall. Hg. vereinigt. Wasserfreie Verbindungen mit Soda in ein. Glasröhre erhitzt, geben Quecksilberspiegel.

§. 54. Auffindung der einzelnen Stoffe der fünften Gruppe.

Der Niederschlag durch HCl ist dieser Gruppe eigenthümlich und höchstens mit dem durch HCl in manchen Sb Verbindungen hervorgebrachten N., der jedoch in überschüssiger HCl wieder gelöst wird. Sind diese Stoffe daher mit anderen Salzen in Lösung, so kann man sie vor der Behandlung mit HS und NH^4S durch HCl herausfällen und auswaschen. Den Niederschlag übergiesst man mit NH^3, löst darin das AgCl, filtrirt, und versetzt das Filtrat wieder mit HCl, ein weisser Niederschlag ist AgCl. Wird der Rückstand beim Ueberg. mit NH^3 geschwärzt, so enthält er Hg, bleibt er ungefärbt, so enthält er nur Pb. Im ersteren Falle behandelt man ihn mit Königswasser oder Chlorwasser, verwandelt das Hg^2Cl in HgCl filtrirt und erkennt das Hg durch Amalgamirung des Kupfers. Man kann auch das Gemenge von PbCl und Hg^2Cl mit Soda trocknen und in einer Glasröhre reduciren. Das Hg bildet einen Spiegel, während das Pb mit Soda dann auf Kohle zum Metallkorn reducirt wird. Da das PbCl in Wasser nicht ganz unlöslich ist, so muss man nachher noch bei Zerlegung der Gruppe 6, darauf Rücksicht nehmen. Man kann übrigens auch, wenn HCl in der Originallösung einen N. erzeugte, ohne diesen weiter zu berücksichtigen, die ganze Masse in Schwefelmetalle verwandeln und dann bei Anwendung von HS nach §. 61., bei Anwendung von NH^4S nach §. 62. untersuchen.

Sechste Gruppe.

§. 55. Sie umfasst die Oxyde von Kupfer, Wismuth, Kadmium u. Quecksilberoxyd, und ist von der vorigen Gruppe durch die Löslichkeit der Chlormetalle in Wasser unterschieden. Durch Salzsäure erhält man also hier keinen Niederschlag.

§. 56. Quecksilberoxyd.

HgO roth oder gelb, seine Salze farblos, die basischen gelb. HS und NH^4S geben einen erst weissen, dann gelben, rothbraunen, endlich schwarzen N., der unlöslich in NO^5, löslich in Königswasser ist. KO und NaO geben gelbes HgO, bei Gegenwart von viel Salmiak weissen N. Auch NH^3 gibt weissen N. SnCl gibt zuerst weissen N. von Hg^2Cl; mehr SnCl zugesetzt, verhält sich wie zum Hg^2O. Ebenso verhält sich HgO zu metall. Kupfer und Soda wie das Hg^2O.

§. 57. Kupfer.

CuO schwarz, CuO.HO blau, Cu^2O rothgelb; die Salze blau oder grün, wasserfrei meist weiss. HS und NH^4S fällen CuS schwarz. KO und NaO fällen blaues CuO.HO, beim Kochen schwarzes CuO. Organische Substanzen verhindern die Lösung zum Theil. NH^3 und $NH^3.CO^2$ geben blauen N., im Ueberschuss mit tiefblauer Farbe löslich. $KO.CO^2$ grünblauer N. durch Kochen schwarz. Blutlaugensalz gibt rothbraunen N., löslich in KO und NH^3. Eisen fällt metallisches Kupfer. Boraxperle in der äuss. Flamme grün, in der inneren, namentlich bei Zusatz von Zinn braunroth. — Organ. Substanzen erschweren oft das Auffinden des Kupfers; Blutlaugensalz und blankes Eisen sind dann die besten Reagentien. Genügen sie nicht, so oxydirt man durch Glühen, löst in Säuren und weist das Kupfer wie gewöhnlich nach.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

§. 58. Wismuth.

BiO^3 gelb, $BiO^3.HO$ weiss; die Salze farblos; die löslichen durch viel Wasser unter Bildung von basischen Salzen getrübt und dadurch erkannt. HS und NH^4S fällen BiS^3 schwarz, löslich in kochender NO^5. Alkalien und kohlensaure Alkalien geben weissen Niederschl. $KO.CrO^3$ gibt gelben N., der in KO unlöslich, in NO^5 löslich ist. ($PbO.CrO^3$ verhält sich umgekehrt). Zink fällt schwammiges, metallisches Wismuth. — Mit Soda auf Kohle erhitzt sprödes Metallkorn mit gelbem Beschlag.

§. 59. Kadmium.

CdO rothbraun, CdO.HO weiss; die Salze farblos. HS und NH^4S fällen gelbes CdS, löslich in koch. NO^5. Aetzende Alkalien fällen CdO.HO weiss; es ist unlöslich im Uebersch. von KO und NaO, löslich im Uebersch. von NH^3. Kohlens. Alkalien geben weissen N., im Uebersch. unlöslich. Mit Soda auf Kohlen erhitzt erhält man in der innern Löthrohrfl. rothbraunen, am Rande bunten Beschlag.

§. 60. Auffindung der Stoffe der sechsten Gruppe.

Hat man von vornherein die Stoffe der fünften Gruppe (AgO, PbO, Hg^2O) durch HCl gefällt und abfiltrirt, durch HS dann die sechste bis achte Gruppe gefällt, so erwärmt man den Niederschlag mit NH^4S, um die siebente und achte Gruppe zu trennen und behält nun die Stoffe der sechsten Gruppe als Schwefelmetalle. Man kocht den Niederschlag mit NO^5 und filtrirt das ungelöste HgS ab. Es wird in Königswasser gelöst und mit SnCl unter Zusatz von HCl gekocht, ein grauer Niederschlag ist Quecksilber. Die salpetersaure Lösung der übrigen Stoffe (Bi, Cu, Cd), versetzt man mit NH^3. Wismuth wird gefällt, während Kupfer und Kadmium gelöst bleiben und abfiltrirt werden. Der Niederschlag von BiO^3 wird zur Bestätigung in HCl gelöst und mit vielem Wasser versetzt; eine weisse Trübung zeigt Wismuth. Die Lösung kann noch Cu und Cd enthalten, ersteres zeigt sich schon durch die tiefblaue Färbung der Lösung. Man übersättigt dieselbe mit HCl und versetzt mit $NH^3.CO^2$; ein weisser Niederschlag beweist Kadmium. Kupfer bleibt abermals in Lösung, wird abfiltrirt und in die angesäuerte Lösung ein blanker Eisendraht gestellt; ein rother Beschlag beweist Kupfer.

§. 61. Auffindung sämmtlicher Stoffe der dritten Classe.

Hat man mit Metallen der dritten Classe im Allgemeinen zu thun, so braucht man die durch HCl gefällten Chlormetalle der fünften Gruppe nicht abzufiltriren, sondern kann, da sie durch HS vollständig zersetzt werden, unbehindert durch den weissen Niederschlag alle als Schwefelmetalle niederschlagen. Nachdem, wie im vorigen Pharagraphen angegeben, die gleichzeitig mitgefällten Stoffe der siebenten und achten Gruppe durch Erwärmen mit NH^4S wieder gelöst und abfiltrirt sind, löst man den Rückstand unter Erwärmung in NO^5 und verfährt mit dem darin unlöslichen HgS nach §. 60. Die salpeters. Lösung versetzt man mit SO^3: ein weisser Niederschlag beweist Blei. Man filtrirt, versetzt die Lösung mit HCl: ein weisser käsiger Niederschlag beweist Silber. Die abfiltrirte Lösung enthält nun noch Cu, Bi, Cd, die wie im vorigen Pharagraphen erkannt werden.

§. 62. Auffindung der 4. bis 6. Gruppe bei Anwendung von NH^4S.

Schon aus den bei der Auflösung beobachteten Erscheinungen schliesst man auf Abwesenheit oder Gegenwart der fünften Gruppe, die ja bei Zusatz von HCl oder NH^4Cl einen weissen N. gibt. Ohne ihn abzufiltriren, versetzt man die ganze Lösung nun mit NH^3 und NH^4S, bis die Flüssigkeit vollkommen gelb oder in manchen Fällen bräunlich erscheint, erwärmt einige Zeit und filtrirt. Der Niederschlag kann enthalten:

a) Die 3. Gruppe: Cr^2O^3, Al^2O^3, Zn, Mn, Fe und PO^5 etc. alk. Erden.
b) Die 4. Gruppe: NiO und CoO.
c) Die 5. Gruppe: Ag, Pb, Hg^2O.
d) Die 6. Gruppe: HgO, Bi, Cu und Cd.

Man versetzt ihn mit verdünnter HCl, löst dadurch die dritte Gruppe, filtrirt sie ab und untersucht wie in §. 40ff. Der gut ausgewaschene Rückstand (Gruppe 4 bis 6) wird mit NO^5 gekocht, und stark eingedampft, wieder etwas mit Wasser verdünnt und, wenn ein Rückstand geblieben sein sollte, filtrirt. Ist dieser Rückstand weiss oder gelblichweiss, so kann er nur Schwefel oder etwas $PbO.SO^3$ sein, in welchem Falle man auch im Filtrat noch Blei finden muss; ist er dagegen schwarz, so kann er nur HgS sein. Man löst ihn

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

mit Königswasser und versetzt mit viel SnCl; ein grauer Niederschlag beweist Quecksilber. Das salpetersaure Filtrat versetzt man mit verdünnter SO^3: weisser Niederschlag ergibt Blei. Man filtrirt und versetzt das Filtrat mit HCl: weisser Niederschlag ergibt Silber. Man erwärmt etwas, filtrirt, übersättigt das Filtrat mit $NH^3.CO^2$ und erwärmt wieder. Ein weisser Niederschlag kann von Wismuth und Kadmium herrühren. Er wird abfiltrirt, in wenig NO^5 gelöst und diese Lösung mit NH^3 übersättigt. Entsteht dadurch kein Niederschlag, so fehlt Wismuth, die Lösung enthält also nur Kadmium, welches als gelbes CdS durch einige Tropfen NH^4S gefällt wird. Entsteht aber durch NH^3 ein Niederschlag, so beweist dieser Wismuth; in der davon abfiltrirten Flüssigkeit findet man darauf durch NH^4S als gelben Niederschlag das Kadmium. Das nach Zusatz von $NH^3.CO^2$ abfiltrirte Filtrat wird stark eingedampft, und mit NH^3 übersättigt: erscheint es farblos, so fehlen Cu, Ni, Co. Ist die Lösung dagegen gefärbt, so muss man auf diese Stoffe untersuchen. Man kann in diesem Falle mit HCl ansäuern und mit Schwefelwasserstoffwasser*) versetzen, ein schwarzbrauner Niederschlag beweist Kupfer. Man filtrirt, übersättigt mit NH^3 und NH^4S und filtrirt den schwarzen Niederschlag (NiS und CoS) ab, ein braunschwarz gefärbtes Filtrat beweist Nickel. Der Niederschlag selbst vor dem Löthrohr oxydirt, mit Borax behandelt: blaue Färbung der Perle beweist Kobalt.

Man kann auch die angesäuerte Lösung von Cu, Ni und Co mit Zinkstückchen kochen, und so das Kupfer metallisch fällen und abfiltriren; hierauf durch Zusatz von NH^3 und NH^4S, das Nickel und Kobalt, so wie das eben in die Lösung gebrachte Zink fällen, durch einige Tropfen HCl das Zink wieder lösen und abfiltriren, den Rückstand, NiS und CoS nach §. 48. untersuchen.

Man kann endlich auch die 3 durch NH^4S erhaltenen Schwefelmetalle mit KCy erwärmen, dadurch CuS lösen, abfiltriren und in dieser Lösung durch die Färbung der Phosphorsalzperle das Kupfer nachweisen, und dann NiS und CoS nach § 48 trennen.

Klasse IV. Die Metalloxyde werden durch HS aus sauren Lösungen als Schwefelmetalle gefällt, die sich in NH^4S auflösen.

§. 63. Hierher gehören Sb, Sn, As, Au und Pt. Es sind dies Metalle, deren Schwefelverbindungen in verdünnten starken Säuren unlöslich sind, also aus saueren Lösungen durch HS vollkommen gefällt werden. Diese Schwefelmetalle lösen sich aber in KS, NaS, NH^4S auf, werden also, nachdem sie mit den Metallen der vorigen Classe zusammen als Schwefelmetalle gefällt worden sind, durch NH^4S wieder aufgelöst und so von der Cl. III. getrennt. Ist die Originallösung alkalisch, und fällt man mit NH^4S, so werden die Metalle zwar in Schwefelmetalle verwandelt, gehen aber mit dem NH^4S lösliche Verbindungen ein und bleiben somit stets neben den Metallen der Cl. I. in Lösung. Sie werden von den gefällten Stoffen der Cl. II. und III. abfiltrirt, das Filtrat dann mit HCl erwärmt und dadurch die Cl. IV in Form von Schwefelmetallen gefällt, während die Cl. I. abfiltrirt wird Zwei Gruppen.

Siebente Gruppe.

§. 64. Sie umfasst Sb, Sn, As. Die Löslichkeit der Schwefelmetalle in NH^4S hat diese Gruppe mit der folgenden gemein. Die Schwefelmetalle sind in kochender HCl (Schwefelzinn und Schwefelantimon) oder kochender NO^5 (Schwefelarsen) löslich und gehen beim Schmelzen mit $NaO.CO^2$ und $NaO.NO^5$ in Oxyde oder Säuren über, die sich mit dem Natron verbinden. Die Schwefelmetalle sind gelb, orange oder braun gefärbt.

§. 65. Antimon.

Das Schwefelmetall ist löslich, das Metall unlöslich in HCl, beide löslich in Königswasser, beide durch NO^5 zu SbO^3 oder SbO^5 oxydirt. Mit Salpeter geschmolzen, bilden beide $KO.SbO^5$, das Schwefelmetall zugleich $KO.SO^3$. Das SbO^3 ist weiss, erhitzt gelb, flüchtig; die SbO^5 ist weiss, wasserfrei gelb, geglüht weiss, unter Bildung von $SbO^3.SbO^5$. Beide Oxyde sind in Wasser und NO^5 unlöslich, in HCl löslich. In der salzsauren Lösung entsteht durch Wasser weisse Trübung oder Niederschlag, der sich in HCl oder Weinsäure

*) Es genügt zu dem Zwecke, NH^4S mit 3 Maass Wasser und dann mit HCl bis zur sauern Reaction zu versetzen, wobei der ausgeschiedene Schwefel die Kupferreaction nicht beeinträchtigt.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

wieder löst. HS fällt sauere Lösungen orangefarben. der N. ist unlöslich in $NH^3.CO^2$ (Unterschied vom Schwefelarsen), wird von NO^5 in SbO^3 und Schwefel zerlegt, löst sich in KO.HCl, und (altem) NH^4S. Daher entsteht durch NH^4S aus neutr. und alkal. Lösung kein N., wohl aber bei Zusatz von HCl. Blankes Zink fällt das Antimon aus sauren Lösungen metallisch. Bringt man einige Tropfen der Lösung in ein Platinschälchen und legt ein Körnchen Zink in die Lösung, so färbt sich das Platin durch das ausgeschiedene Antimon braun oder schwarz. Im Wasserstoffapparat der Säure etwas Antimonlösung zugesetzt, bildet sich H^3Sb, welches entzündet mit bläulich grüner Fl. zu SbO^3 und Wasser verbrennt, und auf einem in die Flamme gehaltenen kalten Porzellanscherben schwarze, glanzlose Flecke absetzt. Leitet man das nicht entzündete Gas durch eine horizont., von aussen erhitzte Glasröhre, so bildet sich ein glänzender Antimonspiegel. Löthrohr: Mit $NaO.CO^2$ und KCy auf Kohle reducirt, geben Sb-Verbindungen ein sprödes Metallkorn und dicken, weissen Rauch von SbO^3, der die Kohle beschlägt. In Brechweinsteinlösung entsteht durch Wasser keine Fällung, HCl gibt weissen, im Ueberschuss löslichen N.; auch NO^5 und SO^3 geben weissen N., der im Ueberschuss der Säure unlöslich ist.

§. 66. Zinn.

Das leicht schmelzbare, dehnbare Metall löst sich langsam in HCl, zu SnCl, schnell in Königswasser zu $SnCl^2$, in verd. SO^3 zu $SnO.SO^3$, in concentr. zu $SnO^2.SO^3$; von NO^5 wird es zu SnO^2 oxydirt.

A) SnO, schwarz, als Hydrat weiss; die farblosen Salze gehen leicht in Oxydsalze über (auch SnCl in $SnCl^2$ und dann nur bei Zusatz von HCl in Wasser löslich). Durch Glühen bildet sich SnO^2. In den Lösungen gibt KO einen weissen N. von $SnO.H^2O$, der durch Kochen braunschwarzes SnO gibt. HS fällt dunkelbraunes SnS, unlöslich in frischbereitetem NH^4S, löslich in altem, daher gelbem NH^4S, und dann aus dieser Lösung durch Säuren als SnS^2 braungelb gefällt.

B) SnO^2, weiss. Das durch Alkalien gefällte oder durch Schmelzen mit Soda erhaltene SnO^2 ist in Säuren und Alkalien löslich; das durch Oxydation mit NO^5 erhaltene, sowie das geglühte SnO^2 ist in Säuren unlöslich. In den Auflösungen entsteht durch KO ein weisser N. von $SnO^2.H^2O$, löslich im Ueberschuss; durch HS bräunlich gelber N. von SnS^2, der in NH^4S, sowie in KO löslich ist. Daher entsteht durch NH^4S in alk. Lösungen kein Niederschlag. Löthrohr: Mit Soda und KCy auf Kohle erhält man ein ductiles Metallkorn, welches die grüne Kupferperle rothbraun färbt.

§. 67. Arsen.

Das ziemlich seltene Metall ist spröde, stahlgrau, erhitzt unter Verbreitung von Knoblauchsgeruch flüchtig und wird dabei zu AsO^3 oxydirt. Bestes Lösungsmittel ist für alle Verbindungen Königswasser, wodurch AsO^5 entsteht. NO^5 zerlegt die Arsenmetalle in salpeters. Salze und AsO^3. Die AsO^3 ist glasig, porzellanartig oder weiss pulverförmig; schwer löslich in Wasser, leicht löslich in HCl, Königswasser und Alkalien. Beim Erhitzen in einer Glasröhre flüchtig, setzt sie sich beim Erkalten glänzend krystallinisch wieder ab. — Die AsO^5 ist weiss, löslich in Wasser und Säuren; erhitzt schmilzt sie und zerfällt dann in AsO^3 und Sauerstoff.

HS fällt sauere Lösungen der AsO^3 als citronengelbes AsS^3, löslich in ätzenden, kohlens. und Schwefelalkalien und daraus durch Säuren wieder gefällt. Das AsS^3 ist flüchtig (Untersch. von SnS). Der Niederschl. aus arseniksauren (AsO^5) Salzen ist hellgelb, entsteht sehr langsam in der Kälte, schneller beim Erwärmen. NH^4S gibt aus alkal. Lösungen keinen N.; er entsteht sofort bei Zusatz von Säuren. $AgO.NO^5$ gibt in durchaus neutralen Lösungen der AsO^3 einen gelben, in solchen der AsO^5 einen rothbraunen N., der in NH^3 und NO^5 löslich ist.

Reductionsproben. Blankes Kupfer überzieht sich in einer mit HCl versetzten Lösung der AsO^3 auch bei sehr grosser Verdünnung mit einem grauen Ueberzuge von metall. As, der sich beim Kochen in schwarzen Schuppen ablöst. — Bringt man eine Spur von AsO^3 in eine ausgezogene Glasröhre, davor Kohlensplitter, erhitzt zuerst diese zum Glühen, dann die AsO^3, so wird diese verflüchtigt, reducirt und gibt einen Arsenspiegel. — Nach Marsh: Im Wasserstoffapparat der Säure etwas AsO^3 oder deren Salze zugesetzt, bildet sich H^3As, welches entzündet mit weissbläulicher Flamme zu AsO^3 und Wasser verbrennt, und auf

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

einem in die Fl. gehaltenen Porzellanscherben braunschwarze glänzende Flecke von met. Arsen absetzt, die sich in Chlorkalk oder Chlornatron sofort lösen (Unterschied vom Antimonspiegel). Leitet man das nicht entzündete Gas durch eine horizontale, von aussen erhitzte Glasröhre, so bildet sich ein glänzender Arsenspiegel, der ebenfalls in Chlornatron löslich ist und verflüchtigt den Knoblauchsgeruch entwickelt. — Nach Fresenius bringt man die sehr gut getrocknete Arsenverbindung in eine unten zur Kugel erweiterte Glasröhre und überschüttet sie mit dem sechsfachen Gewicht eines ebenfalls gut getrockneten Gemenges von gleichen Theilen KCy und $NaO.CO^2$, und erhitzt erst vorsichtig, um die letzte Spur von Wasser auszutreiben, darauf stärker, und erhält so einen vortrefflichen Arsenspiegel. — Reduction mit $NaO.C^2O^3$. Man mischt die gut getrocknete Arsenverbindung mit etwa 10 Theilen wasserfr. $NaO.C^2O^3$ (bei Anwendung von Schwefelarsenik noch unter Zusatz von wasserfr. Soda) bringt es in eine unten zugeschmolzene Glasröhre und darüber noch etwa ebenso viel reines $NaO.C^2O^3$, erwärmt zuerst das letztere bis zur vollständigen Zersetzung, dann das Gemenge bis zum Glühen: es bildet sich $NaO.CO^2$ und CO. Das reduc. Arsen bildet einen sehr schönen ringförmigen Metallspiegel. — Löthrohr. AsO^3 oder ihre Salze mit $NaO.CO^2$ in der innern Löthrohrflamme erhitzt, verbreiten auch bei geringen Mengen den Knoblauchgeruch.

Achte Gruppe.

§. 68. Sie umfasst Au u. Pt, deren Oxyde durch HS, aus saurer Lösung als Schwefelmetalle gefällt werden, die sich nicht in einfachen Säuren, wohl aber in Königswasser und Schwefelalkalien, wie NH^4S lösen. Die Chloride sind in Wasser löslich, die Metalle selbst in Königswasser. Die Verbindungen derselben werden durch starke Erhitzung reducirt.

§. 69. Gold.

Au löst sich in Königswasser zu $AuCl^3$, worin durch HS ein schwarzer in NO^5 unlöslicher N. entsteht, der sich in NH^4S löst und durch Säuren wieder gefällt wird. Oxalsäure mit $AuCl^3$ Lösung erhitzt, reducirt metallisches Gold, welches die Wandungen der Gefässe überzieht. Eisenvitriol fällt das Gold metallisch als braunes Pulver, welches beim Reiben Goldglanz zeigt. SnCl (namentlich wenn es etwas $SnCl^2$ enthält) färbt verdünnte Lösungen purpurroth, und fällt aus concentrirten den Purpur des Cassius.

§. 70. Platin.

Das Metall löslich in Königswasser zu Platinchlorid. HS und NH^4S fällen aus sauren Lösungen schwarzbraunes PtS^2, löslich im Ueberschuss von NH^4S und Königswasser, unlöslich in einfachen Säuren; aus der Lösung in NH^4S durch Säuren wieder gefällt. KO und NH^3 geben namentlich bei Zusatz von etwas HCl und Alkohol gelbe, in Säuren unlösliche Niederschläge von $PtCl^2.KCl$ und $PtCl^2.NH^4Cl$.

§. 71. Auffindung der Stoffe der siebenten und achten Gruppe bei Anwendung von Schwefelwasserstoffgas

Nachdem aus der sauren Lösung durch HS Classe III. u. IV. gefällt, abfiltrirt und gut ausgewaschen ist, behandelt man den Niederschlag mit vielem NH^4S in der Wärme, (nicht aber durch Kochen, weil sonst auch etwas CuS gelöst wird) und filtrirt. Das Filtrat enthält Cl.IV. Man versetzt mit verdünnter HCl, um die Schwefelmetalle wieder zu fällen. Ist der Niederschlag hell, (gelb, roth oder braun) so hat man es, wenn nicht etwa nur ausgeschiedener Schwefel ihn erzeugte, nur mit Sb, As, Sn zu thun. Ist er dunkel, so können diese und ausserdem Au und Pt vorhanden sein, oder mögl. Weise etwas CuS welches ja in NH^4S nicht ganz unlöslich ist. Auf alle Fälle schüttelt man den N. in der Kälte mit $NH^3.CO^2$ und zieht dadurch AsS^3 aus, welches dann aus dieser Lösung wieder durch Essigsäure gefällt und nach §. 67 weiter untersucht wird. Den gut ausgewaschenen Rückstand kocht man mit HCl, wodurch Schwefelantimon und Schwefelzinn gelöst, von etwa vorhandenem Gold und Platin abfiltrirt, und dann durch HS wieder gefällt werden. Das Auflösen der Schwefelmetalle in HCl fällt natürlich weg, wenn dieselben hellfarbig sind, also Gold und Platin nicht enthalten. Den Niederschlag von Schwefelzinn und Schwefelantimon trocknet man, und erhitzt ihn dann in der äusseren Löthrohrflamme auf Kohle. Beide Metalle oxydiren sich. Antimon verflüchtigt sich als weisser, gerade aufsteigender Rauch, der die Kohle weiss beschlägt. Ist alles Antimon verjagt, so wird das nicht flüchtige SnO^2 mit $NaO.CO^2$ und KCy in der inneren Flamme des Löthrohrs er-

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

hitzt, wodurch man ein dehnbares Metallkorn erhält, welches, zu einer grünen Kupferperle gesetzt, diese roth färbt.

Waren die Schwefelmetalle schwarz, blieb also beim Kochen mit HCl ein Rückstand, so behandelt man denselben nun mit Königswasser und löst so Platin, Gold und etwas beigemengtes Kupfer auf. Man dampft ein, zur Verjagung der freien Säuren und löst den Rückstand in wenig Wasser. Durch Zusatz von Oxalsäure oder $FeO.SO^3$ fällt Gold. Man filtrirt es ab, und versetzt das Filtrat mit HCl, NH^3 und etwas Alkohol, wodurch Pt gelb gefällt wird. Gleichzeitig würde Cu die Lösung dunkelblau färben.

§. 72. Auffindung der Stoffe der 7. und 8. Gruppe bei Anwendung von NH^4S.

Nachdem man aus der alkalischen Lösung nach §. 21 durch NH^4S Classe II. und III. gefällt und von Cl. I. und IV. durch Filtriren getrennt hat, versetzt man das Filtrat mit Essigsäure oder verdünnter HCl, wodurch As, Sn, Sb, Au und Pt vielleicht auch etwas Cu als Schwefelmetalle gefällt werden. Dieser Niederschlag wird dann vollständig nach §. 71. behandelt.

Cap. 5. Auffindung der Säuren.

§. 73. Man löst zunächst die Substanz in Wasser, HCl oder NO^5, was auf den Gang der Untersuchung im Allg. ohne Einfluss ist. Da viele Säuren schon bei den Vorprüfungen §. 8—14 gefunden werden, so sind diese zu berücksichtigen. Man überlegt ferner, welche Säuren durch die Natur der gefundenen Basen nothwendig ausgeschlossen werden. Man darf nämlich nur auf solche Säuren prüfen, die mit den gefundenen Basen lösliche Salze bilden. Zur Auffindung der Säuren stellt man folgende Versuche an:

I. Die wässrige Lösung wird mit HCl erwärmt, oder wenn Wasser nicht löste, die Substanz in HCl (NO^5) gelöst.

a) Geruchloses, unter Aufbrausen entweichendes Gas deutet auf CO^2.

b) HS Entwickelung deutet auf Schwefelmetalle.

c) gelbrothe Dämpfe deuten auf NO^5.

d) stechender Geruch, nach verbr. Schwefel deut. auf SO^2.

e) Geruch nach Blausäure auf Verbindung von Cyan.

§. 74. II. Die Lösung mit $BaO.NO^5$ versetzt, so lange ein N. erfolgt, dann mit NO^5.

a) bleibt ein weisser Rückstand, so beweist er SO^3. Man filtr., versetzt mit NH^3 im Uebersch., entsteht wieder ein N., so deutet er auf AsO^3, AsO^5, CrO^3, (schon bei den Basen gefunden) so wie auf Phosphors., Oxals., unter Umständen auch wohl auf Weinsteins. und Borsäure.

b) Originallösung mit Gipswasser versetzt; ein weisser in Essigsäure löslicher Niederschlag deutet auf Oxalsäure. Bei in Wasser unlöslichen, in Säuren löslichen Substanzen kocht man die Originalsubstanz mit Kali, filtrirt, übersättigt mit Essigsäure und versetzt dann mit Gipswasser.

c) Originallösung mit $AgO.NO^5$ und NO^5 versetzt, filtrirt, und das Filtrat genau mit NH^3 neutralisirt; ein gelber Niederschlag beweist Phosphorsäure. Bei Gegenwart von Chrom und Arsen müssen diese erst durch NH^4S u. s. w. entfernt und das Filtrat durch Kochen vom NH^4S befreit werden, ehe man $AgO.NO^5$ zusetzt. In Verbindungen, die in Säuren löslich sind, richtet sich die Auffindung der PO^5 nach den Basen.

α) Die Substanz enthält nur Erden, keine Metalloxyde: man löst einen Theil in NO^5, fällt mit $AgO.NO^5$, filtrirt wenn es nöthig ist und neutralisirt genau mit NH^3.

β) Die Substanz enthält auch Metalloxyde. Man fällt diese aus der alkal. Lösung durch NH^4S, verjagt aus dem Filtrat durch anhaltendes Kochen das HS Gas, allenfalls auch durch Zusatz von etwas Kupfervitriollösung, filtrirt wieder, säuert dann wie oben mit NO^5 an, und versetzt mit $AgO.NO^5$ und NH^3. Man kann auch die von Metalloxyden befreite alkalische Lösung mit $MgO.SO^3$ und NH^4Cl versetzen, ein körnig krystallinischer Niederschlag beweist Phosphorsäure.

III. Die wässrige Lösung wird mit $AgO.NO^5$ und etwas NO^5 versetzt. Ist die Substanz nicht in Wasser löslich, so löst man einen Theil in NO^5 in sehr gelinder Wärme und versetzt dann mit $AgO.NO^5$. Es löst sich alles auf mit Ausnahme von AgCl, AgBr, AgJ, AgCy, AgS. Man filtrirt und schüttelt einen Theil des Filtrates mit NH^3.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

a) Löst sich alles auf, so sind nur Br, Cy und Cl vorhanden. Hat sich die Anwesenheit von Cy schon aus 1.e ergeben, so fällt man wieder mit NO^5, filtrirt, trocknet und glüht den Niederschlag, um Cy zu verjagen. Rückstand ist AgCl und AgBr. Bei Abwesenheit von Cy braucht man nicht zu glühen, sondern beachtet nur die Farbe des Niederschlages; ein weisser Niederschl. beweist Chlor; — gelblicher Niederschl. beweist Brom.

b) Es bleibt ein Rückstand, der abfiltrirt wird: gelbliche Farbe desselben deutet auf Jod; — schwarze Farbe deutet auf Schwefel.

IV) Originalsubstanz mit Alkohol und Schwefelsäure versetzt und entzündet: grüne Färbung der Flamme beweist Borsäure.

V) Originalsubstanz mit Kupferfeile und Schwefelsäure erhitzt: braune Dämpfe beweisen Salpetersäure.

VI) Originalsubstanz in einer Glasröhre erhitzt: Schwärzung und brenzlicher Geruch beweist Weinsteinsäure; — Schwärzung und saurer Geruch beweist Essigsäure.

VII) Substanz mit conc. SO^3 in Platinschale erwärmt: hochgelbe Färbung beweist Chlorsäure; Aetzung einer Glasplatte Fluor.

VIII) Kieselsäure schon bei den Basen. Siehe §. 41 Anm. u. §. 44 d.

Taf. I. Gruppeneintheilung, §. 21.

Lösung mit Ammoniak u. Schwefelammonium versetzt, erwärmt, filtrirt, gut ausgewaschen.

- A. Niederschlag, Klasse II. u. III. dazu verd. Salzsäure, filtrirt.
  - B. Lösung, Gruppe 3.
  - C. Niederschlag, Gruppe 4—6.
- D. Lösung, Klasse I. u. IV. dazu Essigsäure, filtrirt.
  - E. Lösung, Kl. I. Mit Salpetersäure gekocht, filtrirt, das Filtrat mit Ammoniak und kohlensaurem Ammoniak versetzt, filtrirt.
    - F. Niederschlag Gruppe 2, ohne Magnesia.
    - G. Lösung Gruppe 1 und Magnesia.
  - H. Niederschl. Kl. IV. Mit Salzsäure gekocht, filtrirt.
    - I. Lösung Gruppe 7.
    - K. Niederschlag Gruppe 8.

Taf. II. Auffindung der Stoffe der ersten und zweiten Gruppe, §. 32.

Die nach Taf. I. erhaltene essigsaure Lösung der Klasse I. wird mit etwas Salpetersäure gekocht, filtrirt, mit Ammonium und kohlensaurem Ammoniak versetzt und gelinde erwärmt.

- A. Niederschlag in verd. Salzsäure gelöst, in 3 Theile getheilt.
  - Zum ersten Theile sehr verd. Schwefels. gesetzt; Filtrat mit Ammon u. Oxalsäure erwärmt; weisser Niederschlag — Kalk.
  - Zum zweiten Theile Gypswasser, sofort weisser Niederschlag — Baryt.
  - Zum dritten Theile Alkohol und entzündet, rothe Flamme — Strontian.
- B. Lösung.
  - C. Probe mit phosphorsaurem Natron versetzt, weisser Niederschlag: Magnesia.
  - D. Rest verdampft, m. Schwefels. geglüht, in Wasser gelöst, m. essigs. Baryt gefällt, Filtrat verdampft, geglüht, in Wasser gelöst, filtrirt.
    - E. Eine Probe mit Alkohol und Platinchlorid versetzt, gelber Niederschlag: Kali.
    - F. Probe mit Alkohol versetzt u. entzündet, gelbe Flamme: Natron.
    - G. Originalsubstanz mit Kali versetzt, stechender Geruch: Ammoniak.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

Taf. III—VI. Auffindung der Stoffe der dritten Gruppe, §. 40.

Die salzsaure Lösung der dritten Gruppe aus Taf. I. wird mit Ammoniak und Schwefelammonium versetzt. Der Niederschlag ist a) hellfarbig Taf. III., b) grün Taf. IV., c) schwarz Taf. V. u. VI.

Taf. III. a) Der Niederschlag ist hellfarbig, §. 41.

Salzsaure Lösung gekocht, filtrirt, mit Natron übersättigt.

- A. Lösung, dazu Salmiak, filtrirt.
  - B. weisser Niederschlag. Thonerde; zuweilen auch Kieselsäure. Man schmilzt mit zweif. schwefels. Kali, löst in Salzsäure, filtrirt.
    - D. Lösung, dazu Ammon. weiss. Niederschlag. Thonerde.
    - E. Ungelöst. Rückstand Kieselerde.
  - C. Lösung, dazu Schwefelammonium, weisser Niederschlag. Zink.
- F. Niederschl. in Salzs. gelöst, mit Salmiak versetzt, dann mit Ammoniak übersättigt.
  - G. Niederschlag, dazu verdünnte Salzsäure.
    - I. weisser Niederschlag oxals. Kalk.
    - K. Lösung mit Natron neutralisirt, mit essigs. Eisenoxyd versetzt, gekocht, filtrirt.
      - L. Niederschlag phosphors. Eisenoxyd. Mit sehr verd. Schwefelammon. geschüttelt, Filtrat m. schwefels. Magnesia versetzt, weisser Niederschlag Phosphorsäure.
      - M. Lösung essigs. alkal. Erden, dazu Ammon. u. kohlens. Ammon. und nach Taf. II. A. erkannt.
  - H. Lösung, dazu Schwefelammonium, fleischrother Niederschlag. Mangan.

Taf. IV. b) Der Niederschlag ist grün, §. 42.

Probe mit Natron in der Kälte behandelt.

- A. Vollständige Lösung m. grüner Farbe, anhaltend gekocht, filtrirt.
  - C. Niederschlag Chromoxyd.
  - D. Lösung, dazu Ammoniak u. Salzsäure, filtrirt.
    - E. weisser Niederschlag Thonerde, auch wohl Kieselsäure. Man schmilzt mit zweif. schwefels. Kali, löst in Salzsäure, filtrirt.
      - G. Lösg., dazu Ammoniak, weisser Niederschlag Thonerde.
      - H. Ungelöster Rückstand Kieselsäure.
    - F. Lösung, dazu Schwefelammonium, weissser Niederschl. Zink.
- B. Unvollständige Lösung. Es sind alkalische Erden vorhanden. Man verfährt nach §. 44. Taf. VI.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

Taf. V. c) α. Der Niederschlag ist schwarz, die salzsaure Lösung ist farblos, §. 43.

Salzsaure Lösung mit etwas Salpetersäure gekocht.

- A. Probe mit Blutlaugensalz: blauer Niederschl. Eisen.
- B. Hauptlösung mit Natron übersättigt, filtrirt.
  - C. Lösung: Zink, Thonerde, Kieselsäure, nach Taf. III. A. u. §. 41. untersucht.
  - D. Niederschl. in Salzsäure gelöst, dazu etw. Natron u. dann essigsaures Natron.
    - E. Rothe Färbung ohne Niederschl. dazu Ammoniak.
      - F. Probe m. Blutlaugensalz blauer Niederschl. Eisen.
      - G. Flüssigkeit mit Salpeter und Soda geschmolzen: grüne Färbung Mangan.
    - H. Rothe Färbung mit Niederschl. dazu essigs. Eisenoxyd, bis der Niederschl. braunl. gekocht, heiss filtrirt.
      - I. Lösung, dazu Ammoniak u. Schwefelammonium, filtrirt.
        - L. Lösung nach Taf. II. auf Kalk, Baryt, Strontian, Magnesia untersucht.
        - M. Niederschl. m. Soda u. Salpeter geschmolzen: grüne Färbg. Mangan.
      - K. Niederschlag mit verd. Schwefelammonium geschüttelt, z. Filtrat schwefels. Magnesia: weisser Niederschl. Phosphorsäure.

Taf. VI. c) β. Niederschlag ist schwarz, salzsaure Lösung grün, §. 44.

Salzsaure Lösung mit Salpetersäure gekocht.

- A. Eine Probe im Wasserbade zur Trockniss verdampft, dann wieder in Salzsäure gelöst: ungelöst bleibt Kieselsäure.
- B. Uebrige Lösung mit Schwefelsäure u. Alkohol versetzt, filtrirt.
  - C. Niederschl. Kalk, Baryt, Strontian, m. Soda gekocht od. geschmolzen, und nach Taf. II. A. u. §. 32 unters.
  - D. Lösung gekocht, bis der Alkohol verjagt ist, mit Ammoniak vers. u. filtrirt.
    - E. Lösung anhaltend mit Kali gekocht, filtrirt.
      - G. Niederschl. weiss, sich bräunend: Mangan (Löthrohr).
      - H. Lösung, dazu Schwefelammonium filtrirt.
        - I Niederschl. weiss: Zink.
        - K. Filtrat, die Säuren enthaltend, anhaltend gekocht, in 3 Theile getheilt.
          - L. 1. Theil mit Salzsäure u. molybdänsaur. Ammoniak versetzt; gelber Niederschl. Phosphors.
          - M. 2. Theil mit Alkohol versetzt und entzündet, grüne Flamme Borsäure.
          - N. 3. Theil mit Essigsäure und Gypswasser versetzt; weisser Niederschlag Oxalsäure.
    - F. Niederschlag anhaltend mit Kali gekocht, filtrirt.
      - O. Lösg., dazu Salmiak filtrirt.
        - P. Niederschlag weiss: Thonerde.
        - Q. Lösg., dazu molybdäns. Ammon. Niederschl. gelb Phosphors.
      - R. Niederschlag, in Salzsäure gelöst:
        - S. Probe mit Blutlaugensalz vers., Niederschlag blau Eisen.
        - T. Rest m. viel Ammoniak versetzt, filtrirt.
          - U. Niederschl. mit Soda und salpeters. Natron geschmolzen, m. Wasser gekocht, das Filtrat mit essigs. Bleioxyd versetzt, Niederschlag gelb Chrom.
          - V. Lösung m. phosphors. Natron vers., Niederschl. weiss: Magnesia.

Universitäts- und
Landesbibliothek Düsseldorf

Taf. VII. Auffindung der Stoffe der vierten bis sechsten Gruppe, §. 62.

Der in verdünnter Salzsäure unlösliche Niederschlag der Schwefelmetalle, Taf. I. wird mit Salpetersäure gekocht, stark eingedampft mit etwas Wasser verdünnt, filtrirt.

- A. Niederschlag.
  - C. Farbe schwarz, in Königswasser gelöst, mit viel Zinnchlorür versetzt, grauer Niederschlag Quecksilber.
  - D. Farbe weiss, Blei.
- B. Lösg., dazu verd. Schwefelsäure, filtrirt.
  - E. Lösung dazu Salzsäure filtrirt.
    - G. Lösung, dazu Ammoniak u. kohlensaures Ammoniak, erwärmt, filtrirt.
      - I. Niederschl. in wenig Salpeters. gelöst, dazu Ammoniak, filtrirt.
        - L. weisser Niederschl. Wismuth.
        - M. Lösung, dazu Schwefelammon. gelber Niederschl. Cadmium.
      - K. Lösung stark eingedampft, mit Ammoniak übersättigt.
        - N. Lösg. farblos: es fehlen Nickel, Kobalt, Kupfer.
        - O. Lösung gefärbt, mit Salzsäure u. Zink gekocht, filtrirt.
          - P. Lösung m. Ammoniak u. Schwefelammonium, dann mit Salzsäure versetzt, vom gelösten Zink abfiltrirt. Den nun übrigen Niederschlag mit Salpetersäure gelöst, mit Cyankalium im Ueberschuss und dann mit Salzsäure versetzt, filtrirt.
            - R. grüner Niederschlag Nickel.
            - S. Lösung zur Boraxperle gesetzt: blaue Perle Kobalt.
          - Q. Rother Niederschl. Kupfer.
  - F. weisser Niederschlag Blei.
  - H. Niederschlag weiss, Silber.

Taf. VIII. Auffindung der Stoffe der siebenten und achten Gruppe, §. 71. u. 72.

Die nach Taf. I. durch Essigsäure gefällten Schwefelmetalle der 7. u. 8. Gruppe werden mit kohlensaurem Ammoniak in der Kälte geschüttelt, filtrirt.

- Lösung mit Essigsäure vers., Niederschl. gelb: Arsenik. (Reduktionsprobe.)
- Niederschlag mit concentr. Salzsäure gekocht, verdünnt, filtrirt.
  - Lösung mit Ammon. und Schwefelammonium wieder gefällt, filtrirt, getrocknet, in der äusseren Löthrohrflamme auf Kohle erhitzt.
    - Rückstand mit Soda und Cyankalium in der inneren Flamme erhitzt, dehnbares Metallkorn: Zinn.
    - weisser, gerader aufsteigender Rauch: Antimon.
  - Schwarzer Rückst. in Königswasser gelöst, verdampft, in wenig Wasser gelöst, dazu Eisenvitriol, filtrirt.
    - brauner Niederschlag Gold.
    - Lösung, dazu Salzsäure, dann Ammoniak und Alkohol: gelber Niederschlag Platin.
      - blaue Färbung der Lösung deutet gleichzeitig auf noch beigemengtes Kupfer.

Bischoff.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf