

ANLEITUNG
ZUR
LÖTROHRANALYSE.

VON

Dr. KARL A. REDLICH,
DOZENT AN DER K. K. BERGAKADEMIE IN LEOBEN.

ZWEITE, UMGEARBEITETE AUFLAGE.

MIT ACHT ABBILDUNGEN.

LUDWIG NÜSSLER,
K. K. BERGAKADEMISCHE BUCHHANDLUNG.
LEOBEN, 1903.

Vorwort.

Die erste Auflage dieser Anleitung war schon nach drei Jahren vergriffen. Dadurch ist das Bedürfnis nach einer kleinen billigen Zusammenstellung der Lötrohranalyse wohl erwiesen. Wenn auch die Anordnung im großen und ganzen die gleiche blieb, wurden doch zahlreiche Änderungen und Zusätze vorgenommen, ferner eine kurze Anleitung zur mikroskopisch chemischen Analyse der Minerale beigefügt, um so das Buch übersichtlicher und der Praxis entsprechender zu gestalten.

Herrn Oberingenieur Moser in Vordernberg, der mich auch bei dieser Neuauflage mit Rat und Tat unterstützt hat, sage ich meinen verbindlichsten Dank.

Leoben, Juni 1903.

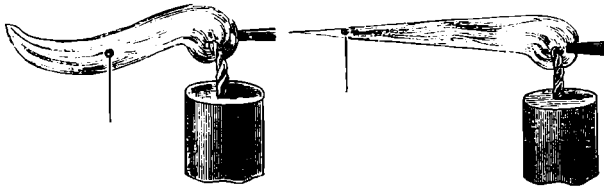
Der Verfasser.

Empfehlenswerte Werke größeren Umfanges.

- Landauer J.**, Die Lötrohranalyse. Anleitung zu qualitativen chemischen Untersuchungen auf trockenem Wege. 2. Auflage 1881. Verlag J. Springer, Berlin.
- Ross W. A.**, Das Lötrohr in der Chemie und Mineralogie. Nach der zweiten englischen Auflage ins Deutsche übertragen von Dr. B. Kossmann. 1889. Verlag von Quandt und Händel, Leipzig.
- Hirschwald J.**, Anleitung zur systematischen Lötrohranalyse. 2. Auflage. 1891. Verlag C. F. Winter, Leipzig.
- Haushofer K.**, Leitfaden für die Mineralbestimmung (auch mikrochemische Analysen enthaltend). 1892. Verlag F. Vieweg, Braunschweig.
- Plattner C. F.**, Probierkunst mit dem Lötrohre. Eine vollständige Anleitung zur qualitativen und quantitativen Lötrohruntersuchung. 6. Auflage bearbeitet von F. Kolbeck. 1897. Verlag J. A. Barth, Leipzig.
- Behrens H.**, Anleitung zur mikrochemischen Analyse. 2. Auflage. 1899. Verlag von L. Voss, Hamburg und Leipzig.
- Weissbach A.**, Tabellen zur Bestimmung der Mineralien mittels äußerer Kennzeichen. 5. Auflage. 1900. Verlag von A. Felix Leipzig.
- Kobell F.**, Tafeln zur Bestimmung der Mineralien mittels einfacher chemischer Versuche auf trockenem und nassem Wege. 14. Auflage, neu bearbeitet von K. Oebekke. 1901. Verlag von J. Lindau in München.

Die Flamme.

Zum Erhitzen der Substanz dient gewöhnlich die Flamme des Bunsenbrenners, der Spirituslampe oder der Millykerze. Die oxydierende Wirkung der Flamme wird erzeugt durch Einführen der Lötrohrspitze in die Flamme, ungefähr im ersten Drittel der Breite derselben und kräftiges Blasen, wodurch eine lange, spitze, blaue Flamme entsteht; die reduzierende Wirkung wird erzeugt durch gelindes Blasen am Rande der Flamme, so daß diese teilweise gelb bleibt und bloß abgelenkt wird.



Reduktionsflamme.

Oxydationsflamme.

Ein Beweis für gutes reduzierendes Blasen ist es, die violette Oxydationsperle des Mangan farblos zu blasen, ein Kennzeichen für gutes oxydierendes Blasen, die Boraxperle des Vanadin erkaltet gelb zu erhalten.

Reagentien.

A. **Häufigere** : Soda ($\text{Na}_2 \text{CO}_3$), Borax ($\text{Na}_2 \text{B}_4 \text{O}_7 + 5 \text{aq}$), Phosphorsalz ($\text{H}_3 \text{PO}_4$, $\text{NaPO}_4 + 4 \text{aq}$), Salpeter (KNO_3), saures Kaliumsulfat ($\text{H}_2 \text{SO}_4$), Fluorit (CaF_2), verglaste Borsäure ($\text{B}_2 \text{O}_3$), Ammoniummolybdat [$(\text{NH}_4)_2 \text{MoO}_4$],

Redlich, Lötrohranalyse.

Kupferoxyd (Cu O), Metallisches Magnesium in Form von Draht oder Pulver, metallisches Zinn in Form von Stanniol (durch Zinnchlorür (Sn Cl₂) ersetzbar, welches Platin nicht angreift), Zink, Gemenge von Jodkalium und Schwefel zu gleichen Teilen, ferner Salzsäure (HCl), Salpetersäure (HNO₃), Schwefelsäure (H₂ SO₄), Ammoniak (NH₃), Kobalt-solution (ein Teil der chemisch reinen Co N₂O₆ + 6 aq auf zehn Teile Wasser).

B. Seltener: Rotes und gelbes Blutlaugensalz, Rhodankalium, unterschwefelsaures Natrium, Cyankalium, Kalk- oder Barytwasser, neutrales Kaliumoxalat, Eisen-vitriol, Goldkörner, Nitroprussidnatrium, Kalilauge etc.

C. Reagenspapiere: Blaues und rotes Lackmus-, Fernambuck- und Curcumapapier, seltener Stärkekleister-papier.

Gerätschaften.

Lötrohr, Millykerzen, Spiritus- oder Paraffinlampe oder Bunsenbrenner, Platinblech (20 × 40 mm groß, 0.4 mm dick), Platindrähte (in Stücken von etwa 80 mm Länge und 0.3 mm Dicke), Platinzange, Eisenpinzette; Glasröhren (beiderseits offen), Glaskölbchen (einseitig geschlossen etwa 70 mm lang und 5–6 mm inneren Durchmesser, aus dünnem schwer schmelzbarem Glase). Holzkohle (80 bis 100 mm lang, 30–50 mm breit, 15–20 mm dick), Reib-schale aus Achat, Abichscher Mörser (oder eine Stahl-platte von 40 mm im Gevierte, 10 mm dick nebst kleinem Hammer), Uhrgläser, ein blaues und ein grünes Glas (70–80 mm im Gevierte), Lupe, Kölbchenhalter (ersetzbar durch einen doppeltgelegten, um das Kölbchen oder Rohr gelegten Papierstreifen, der mit den Fingern zusammen-gehalten wird).

Prüfung der Substanz in der einseitig geschlossenen Glasröhre (Kölbchen).

Sie dient zur Beobachtung der Veränderungen durch Erhitzen bei Luftabschluß. Das Röhrchen wird sorgfältig getrocknet, dann die Substanz eingeführt und allmählich bis zur Rotglut erhitzt.

a) Wasserbildung.

Sauer:

Einige wasserhaltige Verbindungen mit H_2SO_4 oder Fluorgehalt.

Basisch:

Einige wasserhaltige Ammoniumsälze.

Neutral:

Hydroxyde und Kristallwasser.

b) Gasentwicklung.

Farb- und geruchlos:

Sauerstoff bei den Superoxyden, bei einigen salpeter-, chlor-, brom- und jodsäuren Salzen, dann bei Hg O und Ag_2O . (Spezieller Nachweis: Aufleuchten eines in das Kölbchen getauchten glühenden Holzspanes.)

Kohlensäureanhydrid (CO_2), spezieller Nachweis durch Trübung von Kalk- oder Barytwasser, bei Karbonaten exklusive Alkalikarbonate (Kohlensäureapparat).

Kohlenoxydgas brennt mit schwachleuchtender blauer Flamme bei vielen Oxalaten und organischen Substanzen.

Farblos mit charakteristischem Geruche.

Schweflig Säureanhydrid (SO_2) bei Thiosulfaten, Sulfiten und einigen Sulfaten, erkennbar am Geruche, rötet

feuchtes blaues Lackmuspapier und färbt einen mit $\text{Fe}_2 \text{Cl}_6$ und rotem Blutlaugensalz $[\text{K}_6 \text{Fe}_2 (\text{CN})_{12}]$ getränkten Papierstreifen blau.

Schwefelwasserstoff (SH_2) erkennbar an der Schwärzung eines mit Bleiazetat befeuchteten Papierstreifens und am Geruche (faule Eier).

Ammoniak (NH_3) nachweisbar durch feuchtes rotes Lackmuspapier.

Osmiumsäure (Os O_4) stechender, zu Tränen reizender Geruch.

Gefärbt und riechend:

rotbraun und Geruch nach NO_2 ,	<u>viele Nitrate,</u>
violett	<u>einige Jodide und Jodate,</u>
braun	<u>einige Bromide und Bromate,</u>
grüngelb	<u>einige Chloride und Chlorate.</u>

c) Sublimatbildung.

Es bildet sich an der Kölbchenwand ein Beschlag.

Weiß:

Ammoniaksalze.

Quecksilberchlorür ($\text{Hg}_2 \text{Cl}_2$) sublimiert, ohne vorher zu schmelzen.

Quecksilberchlorid (Hg Cl_2) schmilzt zuvor (heiß gelb, kalt weiß).

Osmiumsäureanhydrid (Os O_3) reine Tröpfchen von stechendem Geruche.

Tellurigsäureanhydrid (Te O_2) schmilzt zu einer amorphen Masse, bei höherer Temperatur kleine Kügelchen.

Arsenigsäureanhydrid ($\text{As}_2 \text{O}_3$) sublimiert, ohne zu schmelzen.

<u>Zinkchlorid</u> (Zn Cl_2)	} beim Erhitzen der ursprünglichen Substanz im Kölbchen mit entwässertem $\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$ färbt sich die Schmelze	} weiß, gelb, braun, orangerot schwarz.
<u>Kadmiumchlorid</u> (Cd Cl_2)		
<u>Zinnchlorür</u> (Sn Cl_2)		
<u>Antimonoxyd</u> ($\text{Sb}_2 \text{O}_3$)		
<u>Bleichlorid</u> (Pb Cl_2)		

Schwarz:

Arsen. Bei metallischem Arsen und manchen Arsenverbindungen; mitunter erhält man außerdem den Arsen-
spiegel und bei manchen Arsensulfiden das farbige
Sublimat (siehe unten).

Zinnober. Das Sublimat wird beim Reiben rot. Kölbchen
unten abgeschnitten und erhitzt bilden sich Hg-Kügel-
chen und oft ein graues Sublimat.

Metallgraues oder metallweißes Sublimat:

Arsen. Einige, namentlich an diesem Elemente reiche Ver-
bindungen geben ein metallisch glänzendes weißes
undurchsichtiges Sublimat, den sogenannten Arsen-
spiegel, in der Regel außerdem das schwarze Arsen-
sublimat.

Quecksilber. Amalgame und einige Quecksilberverbindun-
gen geben ein graues (unter der Lupe betrachtet), aus
kleinen Kügelchen bestehendes Sublimat; wenn die
Kügelchen größer, mit freiem Auge wahrnehmbar
sind, kann man sie durch Drehen und Klopfen ver-
einigen. Alle Quecksilberverbindungen geben beim
Erhitzen mit trockenem Na_2CO_3 den oben erwähnten
Beschlag.

Farbiges Sublimat.

Schwefel, Bi- und Polysulfide, heiß gelbbraun, kalt gelb.
Antimonsulfid und Antimonsulfür (Sb_2S_3 und Sb_2S_5), heiß
schwarz, kalt kirschrot.

Arsensulfide (As_2S_3 u. s. w.), heiß braunrot, kalt orange.

Quecksilberjodid (Hg J_2) gelb, wird durch Reiben rot.

Quecksilbernitrate ($\text{Hg}[\text{NO}_3]_2$ und $\text{Hg}_2[\text{NO}_3]_2$) orangegelb.

Selen (Se) rötlich bis schwarz, Geruch nach faulem Rettig.

d) Farbenwechsel beim Erhitzen der reinen Probe.

Zinkoxyd (Zn O), Zinksalze, Zinnoxid (Sn O_2) weiß in gelb,
nach dem Erkalten wieder weiß.

Antimonoxyd (Sb_2O_3) weiß in gelb, nach dem Erkalten wieder weiß, gleichzeitig Sublimatbildung.

Bleikarbonat (Pb CO_3) weiß in rotbraun, nach dem Erkalten gelb. (Unterschied von Pb SO_4 .)

Wismutoxyd (Bi_2O_3) gelb in rotbraun, nach dem Erkalten gelb.

Kadmiumsulfid (Cd S) gelb (orange gelb) in karmoisinrot, nach dem Erkalten gelb.

Eisenoxyd (Fe_3O_4) rot in schwarz, nach dem Erkalten rot (bei heftigem Glühen grauschwarz), nicht flüchtig.

Hydrate von Eisen, Nickel, Kobalt, Kupfer verändern ebenfalls ihre Farben und geben Wasserbeschlag.

Prüfung der Substanz in der offenen Glasröhre.

Sie dient zur Untersuchung der Substanz unter dem oxydierenden Einflusse der Luft.

Schwefligsäureanhydrid (SO_2), bei Schwefel und einigen Schwefelverbindungen (stechender Geruch, blaues Lackmuspapier rot).

Selenigsäureanhydrid (Se O_2), Entwicklung von Selengeruch, oft auch stahlgraues, weiter oben rotes Sublimat, bei Selen und Selenverbindungen.

Arsentrioxyd (As_2O_3), kristallinisches, weit von der Probe sich bildendes weißes Sublimat, bei Arsen und vielen Arsenverbindungen. Bei Arseniaten von Kobalt und Nickel erhält man das Sublimat sehr schwer.

Antimonoxyd (Sb_2O_3), weißer Rauch und weißes, zum Teil nicht flüchtiges Sublimat, bei Antimon und vielen Antimonverbindungen.

Tellurigsäureanhydrid (Te O_2), weißer Rauch, Sublimat zu farblosen Tropfen schmelzbar, bei Tellur und Tellurmetallen.

Quecksilber, graue Kügelchen, oft graues Sublimat von verteilten Hg, bei Amalgamen und einigen Hg-haltigen Verbindungen.

Blei- und Wismutverbindungen mit Schwefel geben eine weiße, meist unterhalb der Probe belindliche Masse von Blei- beziehungsweise Wismutsulfat.

Fluorverbindungen. Mengt man sie mit pulverisiertem geschmolzenen Phosphorsalz, gibt das Gemisch auf ein rinnenförmiges Platinblech, schiebt dieses in das Glasrohr und erhitzt das Gemenge, so entsteht Fluorwasserstoff, welches Fernambukpapier strohgelb färbt und das Glas oft ätzt.

Außerdem erhält man mitunter Sublimate, wie sie im geschlossenen Kölbchen entstehen.

Prüfung im Kölbchen mit Reagentien.

a) Man erhitzt die Substanz mit saurem Kaliumsulfat (HKSO_4).

Das entweichende Gas ist

- gefärbt und riechend
1. *gelbgrün* mit Chlorgeruch, bleicht feuchtes Lackmuspapier, bei Chloraten;
 2. *rotbraun*, Geruch nach NO_2 , färbt Eisenvitriolpapier braun, bei Nitraten und Nitriten;
 - 3 a. *violett*, bläut Stärkekleisterpapier. Spez. Nachw.: Die Substanz, einer kupferoxydhaltigen Phosphorsalzperle zugesetzt, färbt die Flamme grün, bei Jodiden;
 - 3 b. *dieselbe Reaktion* nach Zusatz von Eisenvitriol bei Jodaten;
 4. *rotbraun*, färbt Stärkekleisterpapier gelb. Spez. Nachw.: Die Substanz, einer CuO -Phosphorsalzperle zugesetzt, färbt die Flamme grünlich-blau, bei Bromiden und Bromaten;

- farblos und riechend
5. *Dämpfe von HCl*, beim Nähern von NH_3 bilden sich weiße Nebel von (ClNH_4) , bei vielen Chloriden;
 6. *rauchendes Gas*, welches das Kölbchen oder darüber gehaltenes Glas ätzt. Die Ätzung ist nach Auswaschen und Trocknen des Kölbchens erst deutlich sichtbar bei Fluoriden;
 7. *Schwefelwasserstoffgeruch*. (Spez. Nachweis siehe Reaktion im Kölbchen.) Bei vielen Sulfiden;
 8. *Geruch nach brennendem Schwefel*, aber keine Abscheidung von S, bei Sulfiten;
 9. *dieselbe Reaktion* aber mit S-Ausscheidung bei Thiosulfaten;

- farb- und geruchlos
10. *Kohlensäureanhydrid* (CO_2). Spez. Nachweis: Karbonate brausen mit ev. erwärmter HCl auf. bei Karbonaten;
 11. *Gas brennbar mit blauer Flamme* von Kohlenoxyd bei Oxalaten und organischen Verbindungen;
 12. *es tritt Verkohlung* ein bei organischen Verbindungen.

b) Man erhitzt die Substanz mit neutralem Kaliumoxalat.

1. Es entwickelt sich NH_3 , färbt feuchtes rotes Lackmuspapier blau, deutet auf Ammoniumsalze
2. Nach dem Zertrümmern des Kölbchens gibt die geglühte Substanz Heparreaktion, deutet auf Sulfate.

c) Man erhitzt mit metallischem Magnesium.

In das getrocknete Kölbchen kommt ein 8–10 mm langer Streifen Magnesiumdraht und darüber wird die früher sorgfältig entwässerte gepulverte Substanz geschüttet; man kann diese auch mit Magnesiumpulver mengen und dieses Gemisch im Kölbchen erhitzen. So-

bald eine Feuererscheinung sich zeigt, ist die Reaktion beendet und gibt man in das abgekühlte Kölbchen 2—3 Tropfen Wasser, so entwickelt sich der charakteristische Geruch (faule Fische) von Phosphorwasserstoff (PH_3). Ein mit Ag NO_3 getränkter feuchter Streifen wird schwärzlich bis metallisch. Spez. Nachw.: Die Probe wird in kalter HNO_3 gelöst (event. deren Sodaschmelze), ein in die Lösung gelegter Kristall von Ammoniummolybdat färbt sich in kurzer Zeit gelb. (In *heißer* HNO_3 geben Arseniate und event. Silikate dieselbe Reaktion.) Bei Phosphaten.

Prüfung auf der Kohle.

a) Die Probe verpufft:

Salpetersaure, chlorsaure, jodsaure und bromsaure Salze.

b) Die Probe bläht sich auf:

Wasserabgabe, borsaure Salze und Alaun.

c) Die Substanz gibt einen Oxydbeschlag.

Man verwendet hierzu die ursprüngliche Substanz; öfters wird es besser sein, das Röstprodukt zu verwenden, da aus diesem Schwefel, Arsen und Antimon größtenteils entfernt sind. Die Substanz wird auf den Rand der Kohle in eine seichte Mulde gelegt, nie in ein tieferes Loch, die Kohle unter 45° geneigt, erst reduzierend, später oxydierend geblasen. Es empfiehlt sich Sulfide mit Soda gemengt zu verwenden; bei schwer aufschließbaren Körpern ist es gut, dieselben mit einem Gemenge von zwei Teilen Soda und einen Teil Borax zu mischen.

1. Beschlag weiß-grauweiß, entfernt von der Probe, verschwindet mit hellblauem Scheine und verbreitet Knoblauchgeruch. Arsen.

- ad 1. Beim Erhitzen mit KCy oder manchmal mit Na_2CO_3 und Holzkohlepulver im Kölbchen Arsenspiegel. (Siehe auch Tellur.)
2. Der Beschlag ist bläulichweiß, näher der Probe und weniger flüchtig als As . Verschwindet in der Red.-Fl. mit fahlgrünem Scheine. Starke Rauchentwicklung. Korn weiß und spröde. Beschlag färbt sich nach dem Glühen mit Kobaltsolution schmutziggrün. Antimon.
- ad 2. Wird der abgeschabte Beschlag mit HCl und Zn auf Platinblech zusammengebracht, so überzieht sich dieses mit einer schwarzen, anhaftenden Antimonschicht. Geringe Beimengungen von Antimon in Verbindung mit anderen flüchtigen Metallen erkennt man, indem man die Probe mit Borsäure im Oxydationsfeuer behandelt, wobei jene Metalle von der Borsäure aufgenommen werden, während auf der Kohle der Antimonbeschlag zurückbleibt. (Siehe auch Wismut und Tellur.)
3. Beschlag stahlgrau, weiter entfernt dunkelgrau, oft rot gesäumt. Brauner Rauch mit rettigartigem Geruche, verschwindet in der Reduktionsflamme mit kornblumenblauem Scheine. Selen.
- ad 3. Bei Anwesenheit von Pb und Sb ist der Beschlag karmoisinrot.
4. B. weiß mit dunkelgelbem oder bräunlichem Rand der B., oft kaum sichtbar, verflüchtigt in der Reduktionsflamme mit grünem Scheine. Tellur.
- ad 4. Bei geringen Mengen von Tellur oder, wenn daneben Selen vorhanden ist, schmilzt man die gepulverte Probe mit Soda und Kohlenpulver im Kölbchen, gießt zur Schmelze heißes Wasser. das sich bei Anwesenheit von Tellur rot färbt, Arsen, Antimon, Tellur und Selen geben auf der von Ross vorgeschlagenen Aluminium-

unterlage leicht unterscheidbare Oxydbeschläge. Arsen und Antimon geben einen weißen, Tellur einen braunen bis schwärzlichen, Selen einen braunen bis bronzegelben B. In der Reduktionsflamme behandelt, läßt sich der weiße Arsenbeschlag allmählich verflüchtigen, während der Antimonbeschlag schwarz wird. Der Beschlag von Tellur mit einem Tropfen H_2SO_4 befeuchtet und über einer Flamme gelinde erhitzt, wird rot.

5. Nahe dunkelgrauer, anschließend rotbrauner bis gelber Beschlag mit pfauenschweifigem Saume. Beschlag oft erst erkaltet deutlich. In Gegenwart von Zink erscheint der Kadmiumbeschlag vor dem Zinkbeschlag.

Kadmium.

6. B. heiß zitronengelb, kalt schwefelgelb, meist mit weißen Rändern, geschmeidiges graues Korn in der Red.-Fl. Durch Ox.-Fl. und Red.-Fl. vertreibbar mit blauem Scheine.

Blei.

ad 6. Bei Anwesenheit von Sb ist der Beschlag dunkelorange gelb, bei Bleichloriden entsteht meist nur ein weißer Bleichloridbeschlag, wird derselbe kurze Zeit mit der Reduktionsflamme berührt, so färbt er sich azurblau und bildet sich an der von der Flamme direkt getroffenen Stelle ein gelber Fleck von Bleioxyd.

7. B. heiß orange, kalt zitronengelb, meist mit weißen Rändern, B. näher der Probe als Pb-Beschlag, verflüchtigt ohne farbigen Schein in Ox.-Fl. und Red.-Fl. Rötlich-weißes sprödes Korn.

Wismut.

ad 7. Der abgeschabte Beschlag in der Phosphorsalzperle mit Zinn reduzierend behandelt, färbt die Perle grau oder schwarz opak, die ganz gleiche Reaktion gibt der Antimonbeschlag. Zur Unterscheidung von Blei auf der Kohle mit einem

Gemenge Jodkali und Schwefel erhitzt, entsteht der ziegelrote Beschlag von Jodwismut. Blei, auf diese Art behandelt, gibt einen grüngelben Bleijodidbeschlag.

8. B. heiß gelb, kalt weiß, nahe der Probe leuchtend und ist unvertreibbar. Metallkorn spröde, jedoch auf gewöhnlichem Wege nicht erhältlich. Zink.

ad 8. Der Beschlag, mit Kobaltlösung befeuchtet, wird beim Glühen gelbgrün. Bei Gegenwart von Cadmium schmilzt man die Probe mit Soda auf Kohle, zuerst erscheint der Beschlag von Cd, dann von Zn. Silikate oder schwer reduzierbare Zinkerze werden mit Soda oder besser mit oxalsaurem Kali gemengt, auf Kohle behandelt. Weiße, reine, vor dem Lötrohr geglühte Zinkverbindungen mit Kobaltsolution befeuchtet und wieder geglüht werden grün; bei Silikaten blau (Smalte).

9. B. heiß schwach gelb, kalt weiß, dicht an der Probe, leuchtet in der Ox.-Fl., nicht verflüchtigend. Korn weiß duktil, schwer erhältlich, da es leicht zu Zinnasche oxydiert, wenn nicht mit Soda und Borax oder mit Cyankalium behandelt wird. Zinn.

ad 9. Der Beschlag mit Kobaltsolution befeuchtet und geglüht, wird blaugrün. Ist Zinn und Zink vorhanden, so wird der mit Kobaltsolution geglühte Beschlag nahe der Probe grünblau (Zinn), weiter entfernt hell gelbgrün (Zink).

Für schwer aufschließbare Zinnerze gilt dasselbe, was bei Zn gesagt wurde.

Zinn reduziert eine mit CuO im Ox.-Feuer blau (kalt) gefärbte Boraxperle in der Ox.-Fl. zu Oxydul und die Perle erscheint nach dem Erkalten rot.

10. B. heiß gelblichweiß, kalt weiß, zum Teil in Form von Kristallblättchen (längeres Blasen erforderlich).

Molybdän.

Bei hastigem Anblasen schön dunkelblau, bei längerem, stärkerem Erhitzen dunkelkupferrot (wird am Aluminiumblech blau). B. wird bei Anwesenheit anderer flüchtiger Metalle oft verdeckt.

11. Korn weiß duktil, sehr glänzend. Bei reichen Silbererzen nach andauerndem starken Blasen rotbrauner Beschlag, der bei Anwesenheit von Pb und Sb karmoisintrot wird.

Silber.

- ad 11. Die erkaltete Phosphorsalzperle erscheint opalfarbig-gelb mit zahlreichen Sprüngen, bei größerer Menge gelb opak. Man löst im Kölbchen die Substanz mit HNO_3 , verdünnt und fällt mit HCl einen käsigen weißen Niederschlag von Ag Cl, der an der Luft nach einiger Zeit grau bis violett wird.

Weißer Beschlag erhält man auch durch Sulfate und Sulfide der Alkalien, durch Haloide des Ammonium etc., ohne daß sie zur sicheren Bestimmung brauchbar sind.

d) Die Substanz gibt ein Metallkorn ohne Beschlag.

12. Rotes Metallkorn, duktil und oxydierbar, namentlich nach Hinzufügen von Soda.

- ad 12. Spez. Nachweis siehe bei Boraxperlen und Flammenfärbung.

Kupfer.

13. Korn gelb, sehr glänzend, duktil und nicht oxydierbar.

Gold.

- ad 13. Im Königswasser gelöst durch Sn Cl_2 , Goldpurpur gefällt.

Platin, Iridium, Rhodium und Palladium sind nur auf nassem Wege zu finden.

e) **Die Substanz bildet eine weiße nicht metallische Masse.**

Das Glühprodukt mit verdünnter Kobaltlösung befeuchtet und abermals anhaltend gegläht.

14. Blaue unschmelzbare Masse. Tonerde.

15. Blaue unschmelzbare Masse (Kieselskelett). Zinksilikate.

16. Blaue geschmolzene Masse (Kieselskelett). Viele Silikate.

17. Blaues Glas, grüne event. durch Zusatz von Kaliumsulfat und Fluorit hervorgerufene Flammenfärbung. Alkaliborate.

18. Blaues Glas, fahlgrüne Flammenfärbung, besonders nach Befeuchten mit Schwefelsäure. Alkaliphosphate.

19. Blaues Glas (Kieselskelett). Alkalisilikate.

20. Unschmelzbare fleischrote Masse. Magnesia.

21. Violette geschmolzene Masse. Borate, Phosphate und Arseniate von Magnesia.

22. Violette unschmelzbare Masse, bei Silikaten selten erhältlich. Zirkonerde.

23. Braunrote Masse. Baryterde.

24. Gelbgrüne Masse. Zink.

25. Blaugrüne Masse. Zinn.

26. Man erhält auch bei anderen Oxyden Färbungen, die teils schwer durchführbar, teils undeutlich und daher zu keiner sicheren Erkennung führen.

So bildet sich bei Behandlung mit Kobaltlösung häufig eine fleischrote Färbung bei Ta_2O_5 (Tantalsäureanhydrid), grüne Färbung bei TiO_2 (Titandioxyd) und Sb_2O_3 (Antimonoxyd), graue Färbung bei CaO (Calciumoxyd), BeO (Berylliumoxyd) und SrO (Strontiumoxyd).

f) **Die Substanz mit Soda auf Kohle in der Red.-Fl. gegläht gibt Hepar** (bei Schwefel ist es Schwefelnatrium). Diese Schmelze auf ein mit Wasser befeuchtetes

Silberblech oder auf eine blank gescheuerte Silbermünze gelegt, erzeugt einen schwarzen, braunen oder gelben Fleck, je nach dem Gehalte der Hepar.

Schwefel, Selen, Tellur.

Die Sodaschmelze in Wasser gelöst und mit Nitroprussidnatrium versetzt, gibt rote Färbung bei Anwesenheit von *Schwefel* (nicht aber bei Selen und Tellur).

Prüfung in der Borax- oder Phosphorsalzperle.

Man löst die Substanz in einer Boraxperle ($\text{Na}_2 \text{B}_4 \text{O}_7 + 10 \text{H}_2 \text{O}$) oder Phosphorsalzperle ($\text{PO}_4 \text{H NH}_4 \text{Na} + 4 \text{H}_2 \text{O}$). Dabei entstehen häufig charakteristisch gefärbte Gläser. Es sind nach und nach kleine Partien zuzusetzen, da sonst die Perlen undurchsichtig werden könnten. Eine rasche Reduktionswirkung erzielt man in der Weise, daß man mit einer Seite der heißen Perle eine kleine Partie Sn Cl_2 aufnimmt und sodann die andere Seite der Perle in der Reduktionsflamme behandelt. Die Reduktionsreaktion tritt bei stärkerer Sättigung rasch ein. Schwefel, Arsen, Antimon müssen vorher abgeröstet sein, ebenso ist es notwendig, Blei-, Wismut- und Zinn-Verbindungen zu entfernen (am besten auf der Kohle).

Die Farbe der Boraxperle ist				Deutet auf
im Oxydationsfeuer		im Reduktionsfeuer		
heiß	kalt	heiß	kalt	
1. grün	blau	farblos	braun, b. längerem Blasen rot (deutlicher b. Phosphorsalzperle)	<i>Kupfer</i> 1. <i>Kobalt</i> 2.
2. blau	blau	blau	blau	
3. violett, st. ges. schwarz	rotviolett st. ges. schwarz	farblos	farblos-rosarot	<i>Mangan</i> 3.
4. violett	rotbraun	gelbl. grau, b. l. Blas. farbll.	gelblichgrau	<i>Nickel</i> 4.
5. rot	gelb farblos	flaschengrün		<i>Eisen</i> 5.
6. rot-gelb	farblos-gelb	dunkelgrün	dunkelgrün	<i>Uran</i> 6.
7. dto.	farblos st. ges. opalart. blau- grau	gelbbraun	gelbbraun-dunkelbraun	<i>Molybdän</i> 7.
8. dto.	gelbgrün-grün	smaragdgrün	smaragdgrün	<i>Chrom</i> 8.
9. dto.	gelb farblos	farblos	farblos st. ges. emailweiß	<i>Cer</i> 9.

Die Farbe der Boraxperle ist				Deutet auf
im Oxydationsfeuer		im Reduktionsfeuer		
heiß	kalt	heiß	kalt	
10. gelb farblos	grünlich-gelb	bräunlich	smaragdgrün	<i>Vanadin</i> 10.
11. farblos st. ges. gelb	farblos st. ges. emailweiß	gelb	gelblich-braun	<i>Wolfram</i> 11.
12. farblos-gelb	farblos	gelb bis braun	gelb-braun (st. ges., b. Flattern emailblau)	<i>Titan</i> 12.
13. farblos	dto.	st. ges. rosa	st. ges. rosa	<i>Didym</i> 13.
14. gelblich	farblos st. ges. emailweiß	grau, b. läng. Blas. farblos	grau, bei läng. Blasen farblos	<i>Zink und</i> 14. <i>Kadmium</i>
15. dto.	farblos	dto.	dto.	<i>Antimon</i> 15.
16. gelb farblos	farblos-trübe, emailgelb	dto.	dto.	<i>Blei</i> 16.
17. dto.	farblos-opalart.	dto.	dto.	<i>Wismut</i> 17.

Verhalten zu der Phosphorsalzperle.

Es werden nur jene Stoffe angeführt, welche gegenüber der Boraxperle ein anderes Verhalten zeigen.

In der Oxydation		In der Reduktion		Deutet auf
heiß	kalt	heiß	kalt	
4. rötlich-bräunlich-rot	gelb-rötlich-gelb	rötlich	gelb	<i>Nickel</i> 4.
5. rotgelb	grün farblos-gelb	rotgelb	grünlich farblos-rötlich	<i>Eisen</i> 5.
6. gelb	gelbgrün	schmutzig grün	vitriol-grün	<i>Uran</i> 6.
7. gelbgrün	schwach gelb-grün-farblos	unrein dunkel-grün	rein grün	<i>Molybdän</i> 7.
8. rötl., schmutz. gelbrot	grün smaragdgrün farblos	rötlich farblos	smaragdgrün farblos (selbst b. starker Sättigung)	<i>Chrom</i> 8.
10. dunkelgelb	gelb	bräunlich	chromgrün	<i>Cer</i> 9.
11. farblos-gelb	farblos	unrein grün	blau (mit SnCl ₂ dunkelgrün)	<i>Vanadin</i> 10.
12. farblos-gelb	dto.	gelb	violett (vollst. erkaltet)	<i>Wolfram</i> 11.
13. farblos	dto.	dto.	b. l. Blasen violett	<i>Titan</i> 12.
18. Kieselskelett				<i>Didym</i> 13. <i>Kieselsäure</i> und ihre 18. Verbind.

- ad 1. Auf Kohle kann das Kupfer aus der Boraxperle mittels Reduktionsflamme metallisch ausgeschieden werden, so daß die Perle farblos erscheint. Ist bei Bestimmung von Nebenbestandteilen anzuempfehlen.
- ad 2. Das auf Kohle mit Soda reduzierte Metall gibt, auf Papier gestrichen, mit HNO_3 eine rote Lösung, die, mit HCl versetzt, nach dem Trocknen einen grünen Fleck erzeugt, welcher beim Anfeuchten mit H_2O verschwindet. Kobaltsalze, mit Kaliumsulfat auf Platinblech geschmolzen, hinterlassen heiß eine blaue, kalt eine rosarote Schmelze. Setzt man zu konzentrierter Kalilauge ein Kobaltsalz, so färbt sich dieselbe beim Erwärmen blau.
- ad 3. Die Phosphorsalzperle reagiert viel schwächer als die Boraxperle, Reaktion bei ersterer oft erst auf Zusatz von Salpeter. Beim Schmelzen mit Soda und Salpeter am Platinlöffel im Oxydationsfeuer eine grüne Masse.
- ad 4. Das auf Kohle mit Soda reduzierte Metall gibt auf Papier gestrichen, mit HNO_3 eine grüne Lösung, die mit Na_2CO_3 versetzt, einen apfelgrünen Fleck hinterläßt. Das Pulver von Nickelerzen, auf dünnem Eisenblech geröstet, wird graugrün. Nickelsalz mit Kaliumbisulfat auf Platinblech geschmolzen, hinterlassen heiß eine braune, kalt eine schwefelgelbe Schmelze.
- ad 5. Die Boraxperle mit Zinn auf Kohle geschmolzen wird vitriolgrün. Das auf Kohle mit Soda reduzierte Metall gibt, auf Papier gestrichen und mit HNO_3 und HCl betropft, beim Erwärmen über der Flamme einen gelben Fleck, der, mit roter Blutlaugensalzlösung befeuchtet, eine blaue Farbe annimmt. Das Pulver

von Eisenerzen, auf dünnem Eisenblech geröstet, wird braun. Die Phosphorsalzperle auf Zusatz von Wolfram oder Titansäure im Reduktionsfeuer erkaltet blutrot.

- ad 7. Beim Digerieren mit H_2SO_4 im Platinlöffel färbt MoO_3 die Säure nach Zusatz von Alkohol tiefblau. Bei starker Reduktion auf Kohle: gelbes Glas mit Ausscheidung von schwarzem Molybdänoxid.
- ad 8. Beim Zusammenschmelzen mit Soda und Salpeter in der Ox.-Fl. auf Platinblech entsteht eine in H_2O lösliche gelbe Masse. Phosphorsalzperle empfindlicher.
- ad 10. Nach Aufschließen mit Soda und Salpeter, Ausziehen der Schmelze mit H_2O , Ansäuern mit Essigsäure, bringt $AgNO_3$ einen gelben Niederschlag hervor.
- ad 11. Die Phosphorsalzperle in der Reduktionsflamme auf Zusatz von Eisen blutrot.
- ad 12. Die Phosphorsalzperle ist empfindlicher als die Boraxperle und wird auf Zusatz von Fe in der Reduktionsflamme blutrot.

Niob, Tantal, Beryll, Zirkon u. s. w. sind vor dem Lötrohr nicht mit Sicherheit nachzuweisen.

- ad 18. Unter Kieselskelett versteht man die abgeschiedene unschmelzbare Masse von Kieselsäure, die in der Phosphorsalzperle schwimmt, während sich die Basen auflösen.

Das Skelett hat meist die Form des angewandten Splitters und ist in der Regel halbdurchsichtig. Einige wasserhaltige, leicht schmelzbare Silikate, wie besonders die Zeolithe, müssen in größeren Splittern der Phosphorsalzperle zugefügt werden, um das

Skelett zu erhalten, da kleine Mengen sich auflösen. In der Boraxperle wird die Kieselsäure gelöst.

Nachweis gemengter Oxyde in der Perle.

Kommen mehrere flußfärbende Oxyde in einer Probe vor, so erhält man abweichende Mischfarben oder es wird durch die intensiv färbende Kraft eines Oxydes (z. B. Co) die Farbe eines anderen, mitunter in größerer prozentueller Menge vorhandenen (z. B. Ni) ganz verdeckt. Eine erschöpfende Behandlung des Themas ist im Rahmen dieses Buches unmöglich, weshalb nur einige charakteristische Beispiele herausgegriffen werden sollen.

Eine häufige Mischfarbe ist grün, die von Bedeutung ist, wenn sie durch Oxydation aus dem Blau des Co oder Cu und dem Gelb von Fe, Ni, Ur oder V entsteht.

Die kalt blutroten Phosphorsalzperlen, die man in der Reduktionsflamme erhält, deuten auf W, Ti oder Nb mit Fe hin.

Manche Oxyde geben mit Flüssen in der Oxydationsflamme charakteristische Farben, während die Reduktionsperle farblos ist (Mn, Fe bei Phosphorsalz); dadurch können die Farben anderer Oxyde hervortreten. Einige Oxyde zeigen im Borax-, andere Farben als im Phosphorsalz.

Zieht man schließlich die Resultate der Voruntersuchung (Flammenfärbung, Reduktion mit Soda, Beschlagbildung auf Kohle) herbei, so kann man bei einiger Überlegung und Übung Vermutungen gewinnen und so viele Oxyde direkt nachweisen. Einige Beispiele sollen das Gesagte erläutern :

Splitter kupferhaltiger Substanzen geben mit HCl befeuchtet die charakteristische azurblaue Flammenfärbung; Proben mit Fe oder einem größeren Gehalte von Co oder Ni werden, auf Kohle in der Reduktionsflamme geglüht, magnetisch. Mo O_3 gibt auf Kohle Beschlag. Auf Platinblech mit Soda geschmolzen geben Mn-Verbindungen grüne, Cr- und V-Verbindungen eine gelbe Schmelze.

Cu und Ni lassen sich aus den gefärbten Perlen auf Kohle bei gutem Reduktionsfeuer metallisch ausscheiden, wodurch die Perle farblos wird resp. die Farbe eines anderen beigemengten Oxydes (z. B. Fe, Cr, Co etc.) hervortreten läßt.

Durch Zusätze lassen sich ebenfalls bestimmte Farben bei gewissen Oxyden erzeugen.

So ruft ein Zusatz von Salpeter zur Oxydationsperle die violette Farbe des Mn hervor, wenn sie z. B. von Fe oder Co verdeckt ist. W O_3 zu einer mit den Oxyden des Fe beladenen Phosphorsalzperle zugesetzt und in der Reduktionsflamme behandelt, gibt eine blutrote Färbung.

Zinn (als Stanniol oder Zinnchlorür angewendet) auf Kohle der Boraxperle zugesetzt, erzeugt bei Ni eine trübe graue Farbe (ausgeschiedenes Metall), bei Cu rote opake Perle, bei Fe SO_4 grüne Färbung.

Bei der Phosphorsalzperle werden durch Anwendung von Zinn auf Kohle in Red.-Fl. die grünen Farben von U und Mo kräftiger, bei eisenhaltigem Ti O_2 wird die blutrote Perle kalt violett, bei eisenhaltigem W O_3 die Perle bei geringem Eisengehalt blau, sonst grün; die blaue eisenfreie W O_3 -Perle wird mit Sn dunkelgrün (Unterschied von Co).

Nachweis der flufffärbenden Oxyde in zusammengesetzten Verbindungen.

Nachfolgend beschriebene Methode gibt vortreffliche Resultate bei komplexen Verbindungen, erfordert jedoch große Übung, Geschicklichkeit und Geduld.

Man fertigt durch Lösen der vorher von flüchtigen Bestandteilen (Sb, Bi, Pb, Ag, Sn) befreiten Substanz in Borax im OF bei starker Sättigung schließlich unter Abstoßen vom Drahte eine Anzahl Perlen und reduziert diese vereint auf Kohle unter Zufügung eines Bleikornes (besser Goldkorn); dieses Metallkorn nimmt Cu und Ni auf. Nach einigem Blasen trennt man die Perle solange sie heiß ist vom Bleikorn und untersucht:

- a) die Perle, deren Bruchstücke in Borax am Platindraht gelöst werden:
 - α) die Perle ist heiß und kalt blau (Ox.-Fl. und Red.-Fl.) Co;
 - β) die Perle ist heiß grün, kalt grün oder blau (Ox.-Fl.) Fe + Co;
 - γ) heiß violett bis blutrot, kalt bräunlich-violett (Ox.-Fl.); heiß gelb, kalt bouteillengrün (Red.-Fl.). Auf Kohle mit Sn reduziert vitriolgrün. Bei mangelhafter Oxydationsflamme ist die Perle heiß gelb, kalt farblos Mn + Fe.
- b) Man entfernt das Blei mit Borsäure, indem man die borsäure Perle mit dem Bleikorn auf Kohle durch eine große Reduktionsflamme bedeckt; wird das Korn glänzend, so wird eine spitze Oxydationsflamme auf das Glas allein gerichtet, ohne daß das Metallkorn davon berührt wird; die borsäure Perle nimmt nun das Pb, ferner Fe und Co teil-

weise auch Ni auf; trennt man das Korn von der Perle und löst ersteres in einer Phosphorsalzperle auf:

- α) die Perle ist in der Ox.-Fl. kalt blau, mit Sn auf Kohle reduziert rot Cu;
β) die Perle ist kalt gelb (Ox.-Fl. u. Red.-Fl.) Ni;
γ) die Perle ist kalt grün (Ox.-Fl.) Cu + Ni.

Man schließt die Substanz mit saurem, schwefelsaurem Kali auf und stellt in die mit Salzsäure versetzte Lösung einen Zinkstab.

Die Lösung färbt sich:

blau, dann grün, endlich schwarzbraun	<u>Molybdän,</u>
blau, dann kupferrot	<u>Wolfram,</u>
blau, dann grün, endlich violett	<u>Vanadin,</u>
grün	<u>Chrom,</u>
violett	<u>Titan,</u>
blau, aus sauren Lösungen braun	<u>Niob.</u>

Prüfung der Substanz auf Flammenfärbung.

Man führt die Substanz als dünnen Splitter am Platin draht oder in der Platinpinzette in die blaue Lötrohrflamme. Nach jeder Probe ist der Draht unter mehrmaligem Befeuchten mit Salzsäure so lange auszuglühen, bis die Lötrohrflamme wieder blau erscheint. Die Prüfung ist am besten mit Bunsenbrenner und Schornstein, in den meisten Fällen mit Kerzen etc. durchzuführen.

Die Farbe der Flamme erscheint

	für sich	durch blaues	durch grünes	bei
		Kobaltglas	Glas	
		(nur bei Bunsenbrenner oder Handlötrohr ausführbar)		
Oft erst nach dem Befeuchten mit H_2SO_4 oder HCl auf kurze Zeit in die Flamme gebracht Wiederholt mit H_2SO_4 oder HCl , intensiv befeuchtet, getrocknet und der größten Hitze ausgesetzt	violett	rotviolett	blaugrün	<u>Kalium</u> (ebenso Cäsium und Rubidium)
	gelb	dto.	orange gelb	<u>Kalium und Natrium</u>
	gelb	unsichtbar o. schwach blau	dto.	<u>Natrium</u>
	karminrot	violettrot	unsichtbar	<u>Lithium</u>
	gelbgrün gelbrot karminrot	blaugrün grünlichgrau purpur	grün zeisiggrün schw. gelb	<u>Baryum</u> <u>Kalzium</u> <u>Strontium</u> (bei Strontium u. Lithium tritt zuerst Sr-Färb. auf, verschw. u. erst spät, tritt die Li-Färb. auf)

Die Farbe der Flamme erscheint				
	für sich	durch blaues Kobaltglas (nur bei Bunsenbrenner oder Handlötrohr ausführbar)	durch grünes Glas	bei
	grün	(nach Befeuchten mit HCl blau nach Chlorkupfer)		<u>Kupfer</u>
	kornblumenblau			<u>Selen</u>
	bläulich			<u>Arsen</u>
	blau			<u>Blei</u>
	mattgrün			<u>Antimon</u>
	grün	(entwed. für sich od. erst m. einem Gemenge v. 4 T. $\text{HKSO}_4 + 1 \text{ T CaF}_2$ erhitzt)		<u>Borsalze</u>
	fahlgrün	(mit H_2SO_4 befeuchtet im verdunkelten Raume)		<u>Phosphate</u>
		violett, ähnl. dem Kalium		<u>einige organ. Verbindungen</u>

Mikroskopisch chemische Untersuchung.

Mehrere im Mineralreich häufige Elemente lassen sich mit dem Lötrohr, namentlich in ihren Verbindungen, nur schwer nachweisen. Als Anhang sei daher für die allerwichtigsten, d. s. Aluminium, Kalzium, Magnesium Kalium und Natrium, einige mikrochemische Analysen angegeben.

Zu diesen Versuchen genügt für unsere Fälle ein Mikroskop von fünfzigfacher Vergrößerung, ferner werden gläserne Objektträger, die einen schnellen Temperaturwechsel, ohne zu springen, aushalten und von Säuren und Alkalien nicht angegriffen werden, benötigt. Für Reaktionen, welche Fluorverbindungen erfordern, müssen die Objektträger mit Kanadabalsam überzogen werden. Dies geschieht so, daß dem Harz in einer Abdampfschale bei mäßigem Erhitzen seine leicht flüchtigen Bestandteile entzogen werden, wodurch es nach dem Abkühlen fest wird.

Nach einer abermaligen Lösung in Benzin wird der Objektträger mit der leicht trocknenden Substanz gefirnißt.

Als Analysenmaterial genügen kleine spinnadelkopfgroße Splitter des Minerals. Dieses ist entweder in Säuren löslich oder nicht. Im ersteren Falle kann es sofort der Analyse zugeführt werden, im letzteren muß es aufgeschlossen werden. Die hier in Betracht kommenden Elemente können aus ihren Silikaten mit Ausnahme

des Natriums durch Soda aufgeschlossen werden. (Beim Kalium muß die Soda vorher auf Kaliumreinheit geprüft werden.) Soda und Mineral werden entweder in einem Platinlöffel oder in einer rundgebogenen Öse des Platindrahtes zusammengeschmolzen, hierauf in Salzsäure gelöst, dann bei einer Temperatur von etwa 120° abgedampft. Eine abermalige Behandlung mit Wasser führt die Elemente in Lösung über, während die Kieselsäure ungelöst zurückbleibt.

Natriumsilikate werden unter Hinzufügen eines Tropfen Schwefelsäure durch Fluorammonium aufgeschlossen.

Reagentien.

Soda, Ammoniak, Fluorammonium, Salz-, Salpeter- und Schwefelsäure, Caesiumbisulfat, Ammoniumchlorid, Phosphorsalz, Platinchlorid, Uranylacetat.

Aluminium.

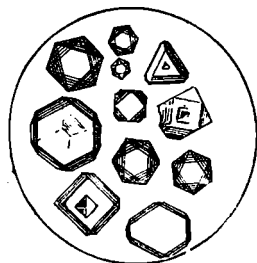


Fig. 1.

Man setze zu einem schwach angesäuerten Tropfen ein Körnchen Caesiumbisulfat. Es entstehen bald die tesserale Kristalle von Caesiumalun. (Fig. 1.) Bei zu starker Konzentration der ursprünglichen Probe bilden sich leicht kristallinische Gebilde, weshalb dann ein Tropfen Wasser zugesetzt werden muß. Die Anwesenheit von Kalzium und Baryum kann durch Gips und Schwerspatbildung die Reaktion beeinträchtigen.

Kalzium.

Auf Zusatz von Schwefelsäure zu einem Tropfen Kalziumlösung bilden sich bei nicht zu viel freier Säure die typischen monoklinen Kristalle des Gipses. (Fig. 2.) Baryum und Strontium werden ebenfalls durch Schwefelsäure gefällt, sind jedoch in Salzsäure unlöslich.

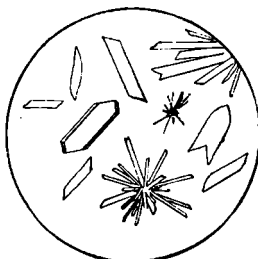


Fig. 2.

Magnesium.

In die mit Ammoniak und Ammoniumchlorid versetzte und erwärmte verdünnte Lösung gibt man ein Körnchen des bei den Lötrohrversuchen üblichen Phosphorsalzes. Es bilden sich die charakteristischen Kristalle von Ammoniummagnesiumphosphat. (Fig. 3.)



Fig. 3.

Kalium.

In der salzsauren oder schwefelsauren Lösung entstehen mit Platinchlorid scharf ausgebildete gelbe Oktaeder, seltener Würfel oder kombinationsreiche Kriställchen von Kaliumplatinchlorid von hoher Lichtbrechung. (Fig. 4.) Das Platinchlorid darf während des Eintrocknens im Exsikator keine oktaedrischen

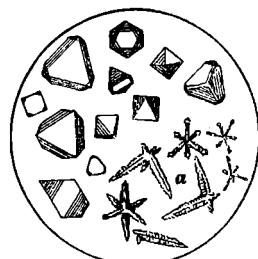


Fig. 4.

Kristalle absetzen. Ammonium gibt eine ähnliche Reaktion wie Kalium, doch können die Ammoniumverbindungen leicht durch Erhitzen vertrieben werden.

Natrium.

- a) Man verdampft einen Tropfen der natriumhaltigen Lösung zur Trocknis, setzt dann einen Tropfen Uranylacetat hinzu, es bilden sich tetraedrische Kristalle von essigsaurem Uranylatrium. (Fig. 5.) Uranylacetat vorher durch Eintrocknen auf Natriumreinheit zu prüfen.

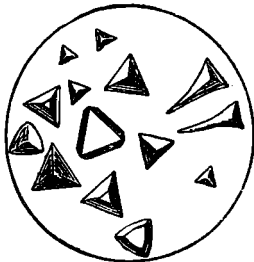


Fig. 5.



Fig. 6.

- b) Platinchlorid fällt bei vollständigem Verdunsten einer neutralen Natriumlösung flache Prismen des Natriumplatinchlorides, welche unter dem Mikroskop eine Auslöschung von etwa 22° und häufig Zwillingsstreifung zeigen. (Fig. 6.)
-

Inhaltsverzeichnis.

- | | |
|-------------------------------------|--|
| Alaun 9. | Kadmium 4, 6, 17. |
| Alkaliborate 14. | Kalium 25, 29. |
| Alkaliphosphate 14. | Kalzium 14, 25, 29. |
| Alkalisilikate 14. | Karbonate 8. |
| Aluminium 28. | Kieselsäure 18. |
| Ammonium 3, 4, 8. | Kieselskelett 18, 20. |
| Antimon 4, 5, 6, 10, 14,
17, 26, | Kobalt 6, 16, 21, 22, 23. |
| Arsen 4, 5, 6, 9, 26. | Kohlenoxyd 3. |
| Arsenspiegel 5. | Kohlensäure 3. |
| Baryterde 14. | Kristallwasser 3. |
| Baryum 25. | Kupfer 6, 13, 16, 21, 22,
23, 24, 26. |
| Beryllium 14. | Lithium 25. |
| Blei 4, 6, 7, 11, 17, 26. | Natrium 25, 30. |
| Bor 9, 26. | Nickel 6, 16, 18, 21, 22,
23, 24. |
| Brom 4, 7, 9. | Niob 21, 24. |
| Cer 16, 18. | Nitrate 4, 7, 9. |
| Chlor 4, 7, 8. | Nitrite 7. |
| Chrom 16, 18, 22, 24. | Magnesium 14, 29. |
| Didym 17, 18. | Mangan 16, 21, 23. |
| Eisen 6, 16, 18, 21, 22, 23. | Molybdän 13, 16, 18, 22, 24. |
| Fluor 3, 7, 8. | Organische Verbindungen
8, 26. |
| Gold 13. | Osmium 4. |
| Hepar 14. | Oxalate 8. |
| Hydroxyde 3. | Palladium 13. |
| Iridium 12. | |
| Jod 4, 7, 9. | |

Platin 13.	Sulfite 8.
Phosphate 9, 26.	Tantal 14.
Quecksilber 4, 5, 7.	Tellur 4, 6, 10, 15.
Rhodium 13.	Thiosulfate 8.
Sauerstoff 3.	Titan 14, 17, 18, 21, 22, 24.
Schwefel 6, 15.	Tonerde 14.
Schwefelsäure 3.	Uran 16, 18, 21, 22.
Schwefelwasserstoff 4.	Vanadin 17, 18, 21, 22, 24.
Schweflig Säureanhydrid 3, 6.	Wismut 6, 7, 11, 17.
Selen 5, 6, 10, 15, 26.	Wolfram 17, 18, 21, 22, 24.
Silber 13.	Zink 4, 5, 12, 14, 17.
Silikate 14.	Zinn 4, 5, 12, 14, 22.
Strontium 14, 25.	Zinnober 5.
Sulfate 8.	Zirkonerde 14.
Sulfide 5, 8.	