

# Tabellarische Übersicht zum Analysengang

nach der Natriumsulfidmethode von Vortmann.

Lösung der Analysenprobe (mit  $\text{KClO}_3$  oder  $\text{Br}$  oxydiert) im Überschuß) mit festem  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  versetzt, mit Natronlauge (stark alkalisch gemacht) und  $\text{Na}_2\text{S}$  im Überschuß zugesetzt, einige Minuten erwärmt und abfiltriert. (Niederschlag = N und Filtrat = F)

a) Untersuchung des Niederschlages  $\text{N}_1$ .

$\text{N}_1$  kann enthalten:

Cu, Bi, Ag, Cd, Pb, Co, Ni, Spuren von Hg (eventuell von  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ )  
 Ur, Cr, Fe, Mn, Zn, Ca, Ba, Sr, Mg, eventuell  $\text{PO}_4$  wird mit stark verdünnter (1:20) (mit  $\text{H}_2\text{S}$ ) gesättigter Salzsäure übergossen.

$\text{N}_2$

die Sulfide Cu, Bi, Ag, Cd, Pb, Co, Ni, Spuren von Hg (eventuell von  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ).

mit Salpetersäure gekocht, mit wenig Wasser verdünnt und filtriert.

$\text{N}_3$

S, etwas  $\text{HgS}$  oder weißes  $2\text{HgS}$ ,  $\text{Hg}_2\text{N}_2\text{O}_6$ ,  $\text{PbSO}_4$ , ev. Silbersulfid mit Ammonacetat digeriert, das Filtrat mit  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_7$  auf Pb geprüft, den Rest von  $\text{N}_3$  mit etwas Königswasser gelöst, verdünnt und mit  $\text{SnCl}_2$  auf Hg geprüft, den unlöslichen Rückstand auf trockenem Wege an Ag geprüft oder in ammoniakalischem Auszuge auf Chlorsilber.

$\text{F}_3$

Lösung mit  $\text{HCl}$  auf Ag geprüft,  $\text{AgCl}$  von abfiltriert, mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  eingedampft und filtriert: ungelöst  $\text{PbSO}_4$  im Filtrat mit  $\text{NH}_3$  im Überschuß des Bi gefällt, das ev. blaue Filtrat mit wenig  $\text{NaOH}$  versetzt, wobei ausfallen Sulfide von Cu, Cd, Co, diese nach dem Abfiltrieren mit verdünnter  $\text{H}_2\text{SO}_4$  gekocht, in Lösung geht Cd, das ungelöste in Salpetersäure gelöst, Cu durch Rhodankalium und  $\text{SO}_2$  (oder  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_6$ ) gefällt, im Filtrat Co, event. noch etwas Ni, mit Bromwasser gefällt, Niederschlag in der Boraxperle geprüft.

$\text{F}_2$

Ur, Cr, Fe, Mn, Zn, Ca, Ba, Sr, Mg, event.  $\text{PO}_4$ , Ni und Spuren von Co (ev. Cd)

$\text{H}_2\text{S}$  durch Kochen verjagen, dann einen Überschuß von festem Natriumcarbonat zusetzen, dann Bromwasser und Erwärmen. Dann filtrieren

$\text{N}_4$

Mn (teilweise), dann Fe, Zn, Ba, Sr, Ca, Mg,  $\text{PO}_4$ . Zunächst wird auf  $\text{PO}_4$  in salpetersaurer Lösung eines Teiles des Niederschlages mit Ammoniumbromid geprüft. Der ganze Rest des Niederschlages in wenig verdünnter Salzsäure gelöst. Nach Prüfen der Lösung mit Ferroryankalium auf Eisen (blauer Niederschlag) wird Eisenchlorid zugefügt, mit  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  neutralisiert, Natriumacetat zugesetzt, verdünnt und gekocht. Dadurch wird  $\text{PO}_4$  mit dem sich abscheidenden basischen Eisenacetat ausgefällt. War  $\text{PO}_4$  nicht da, mit  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  neutralisiert, gekocht und vom ausfallenden basischen Eisenacetat abfiltriert in Filtrate. Von diesem wird mit Bromwasser und Ammoniak  $\text{MnO}_2$  abgeschieden und im Filtrat von diesem mit Ammoniumcarbonat unter Erwärmen gefällt.

$\text{N}_5$

Carbonate von Ba, Sr, Ca, werden in Essigsäure gelöst, mit Kieselflußsäure versetzt; Abscheidung von Kieselfluorbarium, im Filtrat von diesem mit verdünnter Schwefelsäure und Alkohol  $\text{SrSO}_4$  abgeschieden, und im Filtrat von  $\text{SrSO}_4$  nach Zusatz von Natriumacetat und Ammonoxalat, Calciumoxalat gefällt.

$\text{F}_4$

Ur, (Mn). War Mn da, so entsteht eine rote Lösung von Permanganat, welche durch Erwärmen mit einigen Tropfen Alkohol zerstört und  $\text{MnO}_2$  abfiltriert wird. Im Filtrat prüft man auf Chrom durch Ansäuern mit Essigsäure und Zusatz von Bleiacetat (Abscheiden von gelbem Bleichromat). In derselben Lösung prüft man auf Uran durch Ansäuern mit Essigsäure und Zusatz von Ferroryankalium (robbraune Fällung oder wenigstens Färbung). Oder dieselbe Lösung mit Salzsäure angesäuert,  $\text{CO}_2$  weggekocht und Uran mit Ammoniak gefällt, im Filtrat auf Chrom mit Ansäuern von Essigsäure auf Bleiacetat geprüft.

$\text{F}_5$

Zn, Mg (Spuren von Co, Ni), wird mit Schwefelammonium versetzt, Abscheidung von Zinksulfid. Im Filtrat von diesem wird mit Natriumphosphat auf Mg geprüft.

Fortsetzung zur Tabellarischen Übersicht des Analyseanges nach der Natriumsulfidmethode von Vortmann.

b) Untersuchung des Filtrates  $F_1$ .

$F_1$  kann enthalten:

Hg, As, Sb, Sn, Al und, wenn braun auch Ni, ferner von weniger häufigen Elementen: Mo, Wo, V, Au, Pt (ist bisweilen durch Spuren von Fe grün gefärbt, das sich als FeS beim Erwärmen und Verdünnen der Flüssigkeit abscheidet.) Mit festem Salmiak versetzt (bei Anwesenheit von Ni mehr) und erwärmt.

$N_6$

HgS, NiS, Al(OH)<sub>3</sub> Spuren von FeS mit verdünnter Salzsäure erwärmt und abfiltriert.

$N_7$

Das ungelöste mit heißer verdünnter  $\text{NO}_3\text{H}$  gelöst, die Lösung mit Bromwasser und Natronlauge auf Ni geprüft, den Rückstand in wenig Königswasser gelöst und mit  $\text{SnCl}_2$  auf Hg geprüft.

$F_7$

Lösung mit  $\text{NH}_3$  auf Tonerde geprüft.

$F_6$

Sb, As, Sn und die weniger häufigen Elemente, mit verdünnter kann enthalten säuert und filtriert.

$N_7$

Ungelöst bleiben Arsensulfid (Wolfram-, Molybdän-, Vanadin-, Platin- und Goldsulfid) werden nach dem Auswaschen durch Kochen mit Salpetersäure gelöst und die Lösung eingedampft. Rückstand in wenig Wasser gelöst, filtriert, mit Ammoniak, Salmiak und Chlor-magnesium versetzt, gibt bei Anwesenheit von Arsen weißem, kristallinischen Niederschlag (auf die Bildung von rotbraun), arsensaures Silber zu prüfen.

$F_8$

das Sb und Sn enthalten kann, wird mit Eisendrat versetzt und erwärmt; Sb gibt einen schwarzen, pulverigen Niederschlag, der abfiltriert wird. Im Filtrat, das  $\text{SnCl}_2$  enthalten kann, wird mit wenig  $\text{HgCl}_2$ -Lösung geprüft; bei Anwesenheit von Sn entsteht ein anfangs weiß, dann grauer Niederschlag. Den obigen Sb-Niederschlag löst man in etwas  $\text{NO}_3\text{H}$  (verdünnt) und Weinsäure und prüft mit etwas  $\text{Na}_2\text{S}$ -Lösung auf orangefarbenes Schwefelantimon.