



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Elemente der Mineralogie

Naumann, Carl Friedrich

Leipzig, 1901

§. 156. Prüfung auf Alkalien und Erden

[urn:nbn:de:hbz:466:1-84232](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:hbz:466:1-84232)

dessen offenes Ende ein Streifen feuchtes Fernambukpapier gesteckt worden ist; das Glas wird angegriffen und das Papier strohgelb gefärbt. Wenn aber das Fluor reichlicher zugegen ist, so kann dieselbe Reaction nur dadurch erhalten werden, dass man die Probe mit geschmolzenem Phosphorsalz im offenen Glasrohr erhitzt, und dabei einen Theil der Flamme in das Rohr streichen lässt.

Auf nassem Wege ist das Fluor am sichersten dadurch nachzuweisen, dass man die pulverisirte Probe mit concentrirter Schwefelsäure in einem kleinen Platintiegel erwärmt, welcher mit einer Glasplatte bedeckt wird, die vorher mit einer dünnen Wachsschicht überzogen wurde, in welche man mit einer Holzspitze Linien einzeichnete, um den Glasgrund stellenweise zu entblößen. Nach einiger Zeit findet man das Glas an diesen Stellen geätzt. Nach *Nickles* ist es jedoch besser, eine Platte von Bergkrystall anzuwenden, weil die Schwefelsäuredämpfe für sich allein auf das Glas wirken.

Borsäure; man mengt die pulverisirte Probe mit 4 Th. Flussspath und $4\frac{1}{2}$ Th. saurem schwefelsaurem Kali und schmilzt das Gemeng; im Augenblick der Schmelzung färbt sich die Flamme vorübergehend gelblichgrün (durch Fluorbor). Dieselbe Färbung der Flamme geben fast alle borsäurehaltigen Mineralien, wenn ihr mit Schwefelsäure befeuchtetes Pulver in der blauen Flamme erhitzt wird. — Auf nassem Wege ist die Borsäure dadurch nachzuweisen, dass man die Probe mit Schwefelsäure erhitzt, dann Alkohol hinzufügt und diesen anzündet; die Flamme wird durch die mit dem Alkohol verdampfende Borsäure sehr deutlich grün gefärbt.

Kohle; pulverisirt und mit Salpeter erhitzt verpufft sie und hinterlässt kohlensaures Kali. Die Kohlensäure ist auf trockenem Wege nicht wohl nachzuweisen, weshalb zu ihrer Erkennung die Probe mit Salzsäure behandelt wird, wobei die Kohlensäure unter Aufbrausen als farbloses Gas entweicht, welches Lackmus vorübergehend röthet und Kalk- oder Barytwasser trübt. Ist Kohlensäure in Solutionen vorhanden, so erkennt man sie daran, dass Kalkwasser und Barytwasser Niederschläge geben, welche sich in Säuren unter Aufbrausen auflösen.

Kieselsäure; bleibt für sich unverändert; wird von Borax sehr langsam, von Phosphorsalz sehr wenig, dagegen von Soda unter starkem Aufbrausen ganz zu klarem Glas aufgelöst; mit Kobaltsolution geglüht erhält sie schwache bläuliche Färbung. Die Silicate werden vom Phosphorsalz mit Hinterlassung der Kieselsäure zersetzt, welche als Pulver oder als Skelett in der Perle schwimmt; ausserdem schmelzen sie grossentheils mit Soda zu klarem Glas.

Die Kieselsäure findet sich in zwei Modificationen, von welchen die eine (amorphe) in Wasser und Säuren löslich ist, während die andere (krystallinische) nur von Flusssäure angegriffen wird. Jene wird auch in kochender Kalilauge leicht, diese nur sehr schwierig aufgelöst. Was die Silicate betrifft, so werden viele derselben von Salzsäure zersetzt, und zwar um so leichter, je stärker die Basis, je geringer der Gehalt an Kieselsäure, und je grösser der Wassergehalt ist. Dabei zieht die Salzsäure entweder nur die Basis aus, indem die Kieselsäure als Gallert oder als Pulver zurückbleibt, oder sie löst auch die Kieselsäure mit auf, welche dann erst bei dem Abdampfen der Solution eine Gallert bildet. Sehr viele Silicate sind aber unauflöslich in Säuren, und müssen daher durch Schmelzen mit kohlensauren Alkalien aufgeschlossen werden, wobei sich die Kieselsäure mit dem Alkali verbindet. Die hierauf gebildete Lösung gibt bei dem Abdampfen erst eine Gallert und endlich einen trockenen Rückstand, dessen in kochender Salzsäure unauflöslicher Theil sich wie Kieselsäure verhält.

§ 456. Prüfung auf Alkalien und Erden.

Ammoniak verräth sich sogleich durch seinen Geruch, wenn die Probe mit Soda im Kolben erhitzt wird. Reibt man ammoniakhaltige Salze mit Kalkhydrat zusammen, oder erwärmt man solche mit Kalilauge, so wird das Ammoniak gleichfalls ausgetrieben, und gibt sich sowohl durch seinen Geruch, als auch durch seine Reaction auf feuchtes Curcumapapier, sowie durch die weissen Nebel zu erkennen, welche entstehen, wenn man ein mit Salzsäure befeuchtetes Glasstäbchen über die Probe hält.

Natron ist in den Mineralien daran zu erkennen, dass die Probe während des Schmelzens oder starken Glühens die äussere Flamme röthlichgelb färbt und auffallend vergrössert. Spectroskopisch leicht erkennbar. — In den Solutionen, welche Natron enthalten, gibt dasselbe mit Platinchlorid und schwefelsaurer Thonerde und Weinsäure keinen Niederschlag. Das Natron wird überhaupt auf nassem Wege mehr durch negative als durch positive Merkmale charakterisirt, und seine Anwesenheit ist, ebenso wie die des Lithions, leichter vor dem Löthrohr zu erkennen.

Lithion wird, wenn es nicht in zu geringer Menge vorhanden ist, durch die schöne carminrothe Färbung der Flamme erkannt, welche die Probe während des Schmelzens hervorbringt; bei geringem Lithiongehalt tritt nach *Turner* dieselbe Färbung ein, wenn man die pulverisirte Probe mit einem Gemeng von 4 Th. Flussspath und $4\frac{1}{2}$ Th. schwefelsaurem Kali schmilzt. Doch wird diese Reaction durch die Anwesenheit von Natron gestört; der 7 pCt. Lithion haltende Amblygonit zeigt daher nur die gelbe Färbung der Flamme. Spectroskopisch auch in Spuren nachweisbar. — Lithion gibt in Solutionen mit Platinchlorid, schwefelsaurer Thonerde und Weinsäure keinen Niederschlag; wohl aber, wenn die Lösung nicht zu sehr verdünnt ist, mit kohlensaurem Natron, noch leichter mit phosphorsaurem Natron.

Kali; wenn es allein, d. h. ohne Natron oder Lithion vorhanden ist, lässt es sich dadurch erkennen, dass die Probe, in der Spitze der blauen Flamme erhitzt, eine violette Färbung der äusseren Flamme bewirkt. Diese Reaction wird bei gleichzeitiger Anwesenheit von Natron oder Lithion gestört, tritt jedoch hervor, wenn man die Flamme durch ein Kobaltglas betrachtet (vgl. S. 319). Gleichfalls ist das Kali noch nachzuweisen, wenn man die Probe in einem durch Nickeloxydul braun gefärbten Boraxglas schmilzt, welches durch Kali bläulich wird. — In den concentrirten Auflösungen der Kalisalze erkennt man das Kali daran, dass es mit Platinchlorid einen citrongelben, krystallinischen schweren Niederschlag von Kaliumplatinchlorid, mit Weinsäure einen weissen, krystallinisch-körnigen Niederschlag von saurem, weinsaurem Kali, mit schwefelsaurer Thonerde nach einiger Zeit einen Niederschlag von Alaunkrystallen bildet. Sollte auch Ammoniak vorhanden sein, so muss dies vorher ausgetrieben werden. Das Kali ist sehr häufig nur auf nassem Wege nachzuweisen, weil seine Reactionen vor dem Löthrohr durch Natron unscheinbar werden. Vermuthet man also in einem Silicat ausser Natron auch Kali, so mengt man die feinpulverisirte Probe mit dem doppelten Volumen Soda, schmilzt das Gemeng auf Kohle (in einer Vertiefung), pulverisirt die geschmolzene Masse, löst sie in Salzsäure, dampft ein, löst den Rückstand in wenig Wasser, und versetzt dann die Lösung mit den oben genannten Reagentien.

Baryt; der kohlensaure Baryt schmilzt leicht zu einem klaren, nach dem Erkalten milchweissen Glas; der schwefelsaure Baryt ist sehr schwer schmelzbar, reducirt sich aber auf Kohle im Reductionsfeuer zu Schwefelbaryum. In seinen Verbindungen mit Kieselsäure kann der Baryt nicht wohl auf trockenem Wege erkannt werden. Spectroskopisch leicht erkennbar. — Die Auflösungen eines Barytsalzes geben mit Schwefelsäure und mit Gypssolution sogleich einen feinen, weissen, in Säuren und Alkalien unlöslichen Niederschlag; ebenso mit Kieselfluorwasserstoffsäure einen farblosen krystallinischen Niederschlag.

Strontian; der kohlensaure schmilzt nur in den äussersten Kanten, und bildet dabei staudenförmige, hell leuchtende Ausläufer; der schwefelsaure schmilzt ziemlich leicht im Oxydationsfeuer, und verwandelt sich im Reductionsfeuer in Schwefelstrontium, welches in Salzsäure aufgelöst, eingetrocknet und mit Alkohol übergossen, die Flamme des letzteren schön roth färbt. In anderen Verbindungen muss die Prüfung auf nassem Wege erfolgen. Spectroskopisch leicht erkennbar. — Solutionen, welche Strontian enthalten, geben zwar mit Schwefelsäure und mit Gypssolution ein Präcipitat, jedoch nicht sogleich, sondern erst nach einiger Zeit; dagegen wird der Strontian durch Kieselfluorwasserstoffsäure gar nicht gefällt. Die salzsaure Lösung des Strontians ertheilt auf die angegebene Weise der Alkoholflamme eine carminrothe Farbe. Sind

in einem Mineral Baryt und Strontian zugleich vorhanden, so stellt man eine salzsaure Solution derselben her, dampft ein, glüht den Rückstand, pulverisirt und digerirt ihn mit Alkohol, welcher das Chlorstrontium auflöst, das Chlorbaryum dagegen unauflöslich zurücklässt.

Kalk findet sich in so mannichfaltigen Verbindungen, dass kein allgemeines Verfahren zu seiner Nachweisung auf trockenem Wege angegeben werden kann; der kohlensaure Kalk wird für sich kaustisch, und reagirt dann alkalisch; schwefelsaurer Kalk verwandelt sich auf Kohle im Reductionsfeuer in Schwefelcalcium, welches ebenfalls alkalisch reagirt. — Kalk präcipitirt mit Schwefelsäure nur aus concentrirten Solutionen, mit Oxalsäure oder oxalsaurem Ammoniak aber auch bei sehr starker Verdünnung, mit Kieselfluorwasserstoffsäure gar nicht. Weil jedoch Baryt und Strontian mit Oxalsäure gleichfalls ein Präcipitat geben, so muss man solche, wenn sie zugleich mit Kalk vorhanden sind, vorher durch schwefelsaures Kali trennen. Uebrigens färbt Chlorcalcium die Flamme des Alkohols gelblichroth. Spectroskopisch leicht erkennbar.

Enthält ein Magnesiasalz nur sehr wenig Kalk, so ist solcher nach *Scheerer* durch oxalsaures Ammoniak nicht mehr nachzuweisen; wohl aber gelingt ihre Trennung sehr gut, wenn man das Salz in ein neutrales schwefelsaures Salz verwandelt, im Wasser auflöst, und dann vorsichtig unter stetem Umrühren Alkohol zusetzt, bis eine schwache Trübung entsteht; nach einiger Zeit hat sich aller Kalk als Gyps abgeschieden. Nach *Sonstadt* wird aus einer Solution, welche Kalk und Magnesia zugleich enthält, der erstere durch wolframsaures Natron gefällt, wenn die Mischung bis 42° erwärmt wird, während die Magnesia gelöst bleibt; diese Reaction erfolgt noch deutlich, wenn 1000 Theile Magnesiasalz gegen 1 Theil Kalksalz vorhanden sind.

Magnesia ist für sich, als Hydrat, als Carbonat und in einigen anderen Verbindungen dadurch zu erkennen, dass die Probe mit Kobaltsolution oder oxalsaurem Kobalt geglüht lichtroth wird. — Magnesia wird weder durch Schwefelsäure noch durch Oxalsäure oder Kieselfluorwasserstoffsäure gefällt; dagegen gibt sie durch phosphorsaures Natron mit Zusatz von Chlorammonium und überschüssigem Ammoniak einen weissen krystallinischen Niederschlag von phosphorsaurer Ammoniak-Magnesia, der in Säuren löslich ist.

Thonerde, welche für sich ganz unveränderlich ist, kann in vielen ihrer Verbindungen daran erkannt werden, dass die erhitzte Probe mit Kobaltsolution befeuchtet und abermals stark erhitzt eine schöne blaue Farbe erhält. — Thonerde wird durch Kali als ein weisser voluminöser Niederschlag gefällt, welcher sich in einem Uebermaass von Kali leicht und vollständig auflöst, aus dieser Auflösung aber durch Salmiak wiederum gefällt wird. Kohlensaures Ammoniak bewirkt gleichfalls ein Präcipitat, welches jedoch im Uebermaass nicht löslich ist.

Beryllerde und **Yttererde** lassen sich in ihren Verbindungen vor dem Löthrohr nicht füglich erkennen und erfordern daher die Anwendung des nassen Weges; dasselbe gilt von der Zirkonsäure und dem Thoroxyd, obgleich die Mineralien, in welchen diese Substanzen vorkommen, z. Th. durch ihr Verhalten vor dem Löthrohr recht gut charakterisirt sind. — Beryllerde verhält sich gegen Kali wie Thonerde; dagegen ist ihr Verhalten zu kohlensaurem Ammoniak insofern verschieden, wiefern im Ueberschuss desselben das gebildete Präcipitat löslich ist, wodurch sich die Beryllerde von der Thonerde unterscheiden und trennen lässt. — Yttererde wird durch Kali gefällt, ohne im Uebermaass desselben wieder aufgelöst zu werden, während sie sich gegen kohlensaures Ammoniak wie Beryllerde verhält. — Zirkonsäure verhält sich gegen Kali wie Yttererde, und gegen kohlensaures Ammoniak wie Beryllerde; durch concentrirtes schwefelsaures Kali wird aus ihren Lösungen ein Doppelsalz von Zirkonsäure und Kali gefällt, welches in reinem Wasser sehr wenig auflöslich ist. Nach *Bailey* schlägt concentrirtes Wasserstoffsperoxyd das Zirkon aus einer Lösung von Zirkonsäure in überschüssiger Schwefelsäure sogleich und völlig in Form einer höheren Oxydationsstufe Zr^2O^5 nieder; da Wasserstoffsperoxyd weder Eisen und

Thonerde noch Titan fällt, so gestattet diese Reaction, kleine Mengen von ZrO_2 in den Mineralien unmittelbar von den genannten Elementen zu trennen.

§ 157. Prüfung auf Arsen, Antimon, Tellur, Wismut und Quecksilber.

Die schweren Metalle und deren Oxyde sind als Bestandtheile der Mineralien vor dem Löthrohr grossentheils leicht zu erkennen. Es seien daher für die wichtigsten dieser Metalle in aller Kürze die Reactionen angegeben, welche für sie besonders charakteristisch sind.

Gediegen Arsen verflüchtigt sich auf der Kohle zu Dämpfen von Suboxyd, die an ihrem knoblauchähnlichen Geruch zu erkennen sind; auch sublimirt es im Glaskolben. Schwefelarsen verhält sich ähnlich. Die meisten Arsenmetalle geben auf Kohle im Reductionsfeuer einen von der Probe weit entfernten weissen, durch erneutes Anblasen leicht zu vertreibenden Beschlag, oder auch (bei grösserem Arsengehalt) graulichweisse Dämpfe von knoblauchähnlichem Geruch; einige Arsenmetalle sublimiren im Kolben metallisches Arsen. Sämmtliche Arsenmetalle aber entwickeln im offenen Glasrohr arsenige Säure, die Arsen- und Schwefel-Metalle zugleich schwefeligsaurer Dämpfe. — Viele arsensaure Salze geben mit Soda auf Kohle im Reductionsfeuer sehr deutlich den Geruch nach Arsen-Suboxyd, auch färben sie in der Zange erhitzt die äussere Flamme hellblau; die arsensauren Erdsalze sublimiren z. Th. metallisches Arsen, wenn sie mit Kohlepulver im Kolben erhitzt werden.

Manche Arsenverbindungen und arsensaure Salze erfordern zur Nachweisung des Arsens eine Behandlung auf nassem Wege, welche dadurch vorbereitet wird, dass man die pulverisirte Probe mit dem drei- bis sechsfachen Volumen Salpeter im Platinlöffel schmilzt, wobei arsensaures Kali entsteht. Die geschmolzene Masse wird mit Wasser digerirt, die Auflösung in einem Probirglas concentrirt, mit einigen Tropfen Schwefelammonium versetzt, geschüttelt, und das gebildete Schwefelarsen durch verdünnte Salzsäure gefällt, das Präcipitat abfiltrirt, getrocknet und mit einem Gemeng von Cyankalium und Soda im Kolben geglüht, wobei sich metallisches Arsen sublimirt. — Eine sehr empfindliche Reaction auf Arsen besteht darin, dass dasselbe in salzsaurer Lösung einer Wasserstoffentwicklung ausgesetzt, auf Filtrirpapier, welches mit concentrirter Silbernitratlösung getränkt ist, einen gelben Fleck gibt.

Antimon schmilzt leicht auf Kohle, verdampft dann und umgibt sich dabei mit weissem, krystallinischem Antimonoxyd (antimoniger Säure); der Beschlag ist dick, bildet sich in der Nähe der Probe und kann nicht so leicht wie der Arsenbeschlag durch erneutes Anblasen vertrieben werden; über Schwefelammonium gehalten, wird der weisse Beschlag orangeroth. Im Kolben sublimirt Antimon nicht. Im offenen Glasrohr verbrennt es langsam mit weissem Rauch, der am Glas ein Sublimat bildet, das von einer Stelle zur anderen verflüchtigt werden kann (doch nicht so leicht wie der Arsenbeschlag). Dieselbe Reaction geben die meisten Mineralien, in welchen Antimon mit Schwefel und mit Metallen verbunden ist. Antimonoxyd schmilzt leicht, verdampft, wird auf Kohle reducirt, und färbt dabei die Flamme schwach grünlichblau. — Ist das Antimon als Oxyd oder als Säure vorhanden, so ist es bisweilen gut, die Probe mit Soda zu mengen und auf Kohle im Reductionsfeuer zu behandeln, worauf dann der charakteristische Beschlag sichtbar wird.

Wismut schmilzt sehr leicht, verdampft dann, und beschlägt die Kohle mit gelbem Oxyd. Im Kolben sublimirt es nicht. Im Glasrohr gibt es keinen Dampf, umgibt sich aber mit geschmolzenem Oxyd, welches warm dunkelbraun, kalt hellgelb erscheint. Dieses Verhalten und die sehr leichte Reducirbarkeit des Oxyds lassen das Wismut auch in seinen Verbindungen leicht erkennen. — In Solutionen bildet Wismutoxyd mit Schwefelwasserstoff einen schwarzen Niederschlag, und wird durch Kali oder Ammoniak als weisses Hydrat gefällt, das im Uebermaass des Fällungsmittels nicht gelöst wird; reichlicher Zusatz von Wasser bewirkt einen weissen Niederschlag von schwer löslichem basischem Salz. Schwefelwismut gibt nach *v. Kobell* mit Jodkalium auf Kohle erhitzt einen rothen Beschlag.