Pt mg	K ₂ O %	Pt mg	K ₂ O %	Pt mg	K ₂ O %	Pt mg	K ₂ O %	Pt mg	K ₂ O %
500,0	48,11	510,0	49,07	520,0	50,03	530,0	50,99	540,0	51,96
5	48,16	5	49,12	5	50,08	5	51,04	5	52,00
501,0	48,20	511,0	49,17	521,0	50,13	531,0	51,09	541,0	52,05
5	48,25	5	49,21	5	50,18	5	51,14	5	52,10
502,0	48,30	512,0	49,26	522,0	50,22	532,0	51,19	542,0	52,15
5	48,35	5	49,31	5	50,27	5	51,24	5	52,20
503,0	48,40	513,0	49,36	523,0	50,32	533,0	51,28	543,0	52,25
5	48,44	5	49,41	5	50,37	5	51,33	5	52,29
504,0	48,49	514,0	49,46	524,0	50,42	534,0	51,38	544,0	52,34
5	48,54	5	49,50	5	50,47	5	51,43	5	52,39
505,0	48,59	515,0	49,55	525,0	50,51	535,0	51,48	545,0	52,44
5	48,64	5	49,60	5	50,56	5	51,52	5	52,49
506,0	48,69	516,0	49,65	526,0	50,61	536,0	51,57	546,0	52,53
5	48,73	5	49,70	5	50,66	5	51,62	5	52,58
507,0	48,78	517,0	49,74	527,0	50,71	537,0	51,67	547,0	52,63
5	48,83	5	49,79	5	50,75	5	51,72	5	52,68
508,0	48,88	518,0	49,84	528,0	50,80	538,0	51,76	548,0	52,73
5	48,93	5	49,89	5	50,85	5	51,81	5	52,77
509,0	48,97	519,0	49,94	529,0	50,90	539,0	51,86	549,0	52,82
5	49,02	5	49,98	5	50,95	5	51,91	5	52,87

Das Aufschliessen von Silikaten mittels Flusssäure und Salzsäure.

Von

Fritz Hinden.

(Mitteilung aus dem chemischen Laboratorium des Mineralogisch-Geologischen Institutes der Universität Basel.)

Zur Bestimmung der Alkalien in Silikaten wird meistens das feine Gesteinspulver mit Flusssäure behandelt, welche nachträglich durch Abdampfen mit Schwefelsäure verdrängt wird.

Diese Aufschliessungsmethode geht glatt vor sich, nur bringt sie die Unannehmlichkeit mit sich, dass jetzt die entstandenen Sulfate durch weitere Operationen in die entsprechenden Chloride übergeführt werden müssen. Diese Operationen schliessen aber einerseits bedeutende Zeitverluste, andererseits mehr oder weniger Fehlerquellen in sich ein.

Mit Berücksichtigung des Gesetzes der Massenwirkung habe ich deshalb angenommen, dass das zunächst mit Flusssäure allein behandelte

feine Gesteinspulver durch nachträgliches, mehrfaches Abdampfen mit Salzsäure vollständig in Lösung gebracht werden könne; dass durch diese Behandlung neben der Kieselsäure namentlich auch die gesamte Flusssäure entfernt werden könne, sämtliche anwesenden Basen als Chloride vorhanden sein werden und somit auch die Operationen zur Schwefelsäure-Entfernung bei der bisher allgemein üblichen Methode in Wegfall kommen. Meine Annahme hat sich, wie nachfolgend gezeigt wird, als richtig erwiesen.

Schon W. Knop¹⁾ hat ähnliche Versuche angestellt, wobei er sich jedoch nur mit dem Befeuchten des unlöslichen Flusssäure-Rückstandes mit Salzsäure begnügte. In einem Beispiel teilt Knop mit, dass er je 0,15 g KCl, NaCl, FeCl₃, CaCl₂, MgCl₂ in einer Platinschale in 10 cc Wasser gelöst, 2 g reine Kieselsäure und eine zur Lösung genügende Menge Flusssäure zugesetzt und hierauf zur Trockne eingedampft hat. Den trockenen, erkalteten Rückstand befeuchtete er mit einigen Tropfen rauchender Salzsäure und 10 cc absolutem Alkohol, worauf sich der Rückstand leicht von den Wänden der Platinschale los löste und mit 25—50 cc absolutem Alkohol in ein Becherglas gespült werden konnte. Er liess die saure Flüssigkeit einige Zeit zur Auflösung der Chloride von Eisen, Kalzium und Magnesium einwirken, fügte dann noch 100 cc Äther binzu und liess 12 Stunden lang, zur Abscheidung der Kieselfluoralkalimetalle, stehen.

Auch E. Hintz²⁾ berichtet in seinem Referat über die eben genannte Knop'sche Mitteilung, dass beim Behandeln eines kieselsäurereichen Minerals mit einer Mischung von $\frac{1}{3}$ rauchender Salzsäure und $\frac{2}{3}$ Flusssäure während dem Abdampfen sich einmal alles zu einer klaren Flüssigkeit löst, allein beim weiteren Eindampfen entweiche Salzsäure, und es sollen sich neben den Chloriden des Eisens, Aluminiums, Kalziums und Magnesiums die Kieselfluoralkalimetalle wieder bilden.

A. Vorversuche.

1. Einwirkung von Salzsäure auf Kalziumfluorid.

Aus den bisherigen Mitteilungen könnte man zur Annahme gelangen, dass sich das Kalziumfluorid selbst bei Gegenwart grösserer Mengen von Flusssäure äusserst leicht in das Chlorid umsetzt und darin

¹⁾ Chem. Zentralblatt (3. F.) **13**, 347.

²⁾ Diese Zeitschrift **22**, 421.

verharrt. Nach Dammer¹⁾ und auch aus meinen eigenen Erfahrungen bei Anstellung der diesbezüglichen Versuche geht hervor, dass sich beim Erhitzen von Kalziumfluorid in einem Flusssäure-Salzsäure-Gemisch das Fluorid bald auflöst, beim Verdünnen mit Wasser fällt es aber zum grössten Teil wieder aus. Es wird sich ein bestimmter Gleichgewichtszustand bilden zwischen Kalziumfluorid und Kalziumchlorid, je nach der vorhandenen Flusssäure-, beziehungsweise Salzsäure-Menge. Beim einmaligen Eindampfen mit Salzsäure bleibt deshalb auch stets eine gewisse Menge Flusssäure an Kalzium gebunden im Rückstand, denn beim Aufnehmen mit nur schwach angesäuertem Wasser geht derselbe nur teilweise in Lösung. Um den hierzu nötigen Beweis experimentell zu erbringen, stellte ich mir zunächst künstlichen Flussspat dar, und zwar aus reinem gefälltem kohlensaurem Kalk einerseits und reiner Flusssäure andererseits.

Von diesem künstlichen, gut getrockneten Flussspat wurden 0,5020 g in einer Platinschale mit 20 cc konzentrierter Salzsäure (spez. Gew. 1,19) vorsichtig einmal eingedampft, der trockene Rückstand mit schwach saurem Wasser aufgenommen, filtriert, das Zurückgebliebene ausgewaschen, nach Veraschen des Filters schwach gegläht, und gewogen. Es wurde gefunden 0,2670 g CaFl_2 , entsprechend 53,2 % Ungelöstem.

Dampft man aber den Flussspat wiederholt mit Salzsäure bis zur Trockne ab, dann wird jedesmal neben der Salzsäure eine gewisse Menge Flusssäure mit verflüchtigt, bis schliesslich nur noch Chlorid vorhanden ist.

1,0860 g künstlicher Flussspat ging nach sechsmaligem Eindampfen mit je 10 cc Salzsäure (1:1, spezifisches Gewicht 1,10) beim Aufnehmen mit Wasser glatt in Lösung.

Bekanntlich sind die natürlichen Mineralien infolge ihrer grösseren Dichte bedeutend schwerer angreifbar als künstliche.

0,5430 g natürlicher, feinst gepulverter Flussspat ergab nach sechsmaligem Eindampfen mit je 10 cc Salzsäure (1:1) immer noch 0,1155 g CaFl_2 , entsprechend 21,2 % Ungelöstem.

2. Einwirkung von Salzsäure auf kieselfluorwasserstoffsaure Alkalien.

Die Kieselfluorwasserstoffsäure H_2SiFl_6 zerfällt beim Eindampfen für sich in ihre beiden Komponenten Siliziumfluorid, SiFl_4 , und Fluor-

¹⁾ Handbuch der Chemie 2, S. 309 (1894).

wasserstoffsäure, 2 HFl, welche sich beide durch Eindampfen verflüchtigen lassen. Lässt man nun Salzsäure auf kieselfluorwasserstoffsäure Alkalien in der Wärme einwirken, so wird sich auch hier, analog dem Vorgang beim Kalziumfluorid, ein bestimmter Gleichgewichtszustand zwischen salzsauren und kieselfluorwasserstoffsäuren Alkalien herstellen. Beim Eindampfen wird sich daher eine bestimmte Menge der durch die im Überschuss zugesetzte Salzsäure jetzt frei gewordene Kieselfluorwasserstoffsäure in ihre Komponenten spalten und sich neben der Salzsäure verflüchtigen. Bei mehrmaliger Wiederholung dieser Operation können schliesslich nur Alkalichloride übrig bleiben.

1. Versuch. Zum experimentellen Beweis dieser Annahme wurden 5 g reines Ätzkali und 5 g Ätznatron auf der Trierwage abgewogen und in 500 cc Wasser gelöst. Von dieser Lösung wurden zunächst 25 cc (= 0,5 g Alkalihydrat) in eine gewogene Platinschale abpipetiert, mit 10 cc Salzsäure (1 : 1) angesäuert, eingedampft, die restierenden Alkalichloride wie üblich gegläht, gewogen und als Summe gefunden:

$$\text{KCl} + \text{Na Cl} = 0,6555 \text{ g, entsprechend } 0,3520 \text{ g Cl.}$$

2. Versuch. Eine zweite Menge von 25 cc unserer Alkalilösung wurde mit 1 g reiner Kieselsäure¹⁾ und 10—20 cc Flusssäure versetzt und hierauf zur Trockne eingedampft. Der Rückstand wurde nun sechsmal nacheinander mit je 20 cc Salzsäure (1 : 1) abgedampft und jedesmal auf dem Wasserbade scharf getrocknet. Trotzdem beim nochmaligen Versetzen mit angesäuertem Wasser nicht alles in Lösung ging, wurde dennoch in der Platinschale abgedampft und der Rückstand nach schwachem Glühen gewogen. Der Rückstand betrug **0,8030 g** (statt 0,6555 g). Derselbe, mit heissem Wasser wieder aufgenommen, enthielt noch eine grössere Menge Kieselsäure. Nach dem Abfiltrieren dieser letzteren konnte jedoch im Filtrat eine bedeutende Menge Chlor festgestellt werden. Das Filtrat enthielt **0,2072 g Chlor** (statt 0,3520 g), woraus sich ergibt, dass immerhin eine beträchtliche Menge der Alkalimetalle in Chloride übergeführt worden war. Dass nicht alles in Lösung ging, beziehungsweise in Chloride umgesetzt wurde, liegt wohl, wie die nachfolgenden Versuche beweisen, nur daran, weil der Lösungsprozess, das Abdampfen mit Salzsäure, bei der verhältnismässig grossen Menge

¹⁾ Diese, aus Natronwasserglas durch mehrmaliges Abdampfen mit Salzsäure (1 : 1) hergestellte Kieselsäure enthielt nur 0,13% Verunreinigungen.

angewandter Substanz nicht hinreichend oft wiederholt wurde, was hier absichtlich unterlassen worden war.

Beide Versuche wurden deshalb mit einer, dem gewöhnlichen Alkaligehalte in Silikaten besser entsprechenden Menge Alkalilösung wiederholt.

3. Versuch. 5 cc Alkalilösung wurden mit 10 cc Salzsäure (1 : 1) angesäuert, eingedampft und die Alkalichloride gewogen und erhalten:

$$\text{KCl} + \text{Na Cl} = 0,1315 \text{ g.}$$

Der Chlorgehalt dieser Menge wurde quantitativ bestimmt und ergab:

$$\text{Cl} = 0,0704 \text{ g.}$$

4. Versuch. 5 cc Alkalilösung wurden mit 0,5 g reiner Kieselsäure und zirka 15 cc Flusssäure versetzt, hierauf auf dem Wasserbad zur Trockne verdampft, der Rückstand zunächst mit einigen Kubikzentimetern eines Gemisches von Flusssäure und verdünnter Salzsäure (1 : 1) aufgenommen, zur Trockne gebracht und jetzt noch viermal mit je 10 cc Salzsäure (1 : 1) auf dem Wasserbade jeweils scharf zur Trockne abgedampft, schwach gegläht, gewogen und nach Abzug der geringen Kieselsäure-Verunreinigung erhalten:

$$\text{KCl} + \text{Na Cl} = 0,1323 \text{ g.}$$

Beim Behandeln dieses Rückstandes mit Wasser ging derselbe leicht in Lösung. Der Chlorgehalt wurde ebenfalls quantitativ bestimmt und ergab:

$$\text{Cl} = 0,0704 \text{ g.}$$

Aus den Versuchen 3 und 4 ergibt sich somit beim Vergleich, dass die Alkalifluoride und die Alkalisilikoffluoride, ebenso wie das Kalziumfluorid durch alleiniges, mehrfaches Abdampfen mit Salzsäure (1 : 1) vollständig und ohne besondere Schwierigkeiten in Chloride übergeführt werden können.

3. Einwirkung von Ammoniumchlorid auf Kalium- und Natrium-Sulfat.

Zur Bestimmung der Alkalien müssen dieselben jeweils von den während der Untersuchung mehrfach hinzugekommenen Ammoniumsalzen vorerst befreit werden, was durch vorsichtiges Abrauchen leicht erreicht wird. Es lag deshalb der Gedanke nahe, zu versuchen, ob die Alkalisulfate, wie solche zum Beispiel bei der bisher üblichen Flusssäure-

Schwefelsäure-Aufschlussmethode erhalten wurden, nicht ebenfalls infolge Massenwirkung durch Abrauchen mit Chlorammonium leicht in Chloride überzuführen seien. Während einerseits H. Rose¹⁾ behauptet, dass beim Glühen von Kaliumsulfat mit 5—8 Teilen Ammoniumchlorid das erstere vollständig in Kaliumchlorid umgesetzt werden könne, hat andererseits E. Nicholson²⁾ experimentell den gegenteiligen Beweis erbracht. Nicholson mischte eine abgewogene Menge von Natriumsulfat mit Ammoniumchlorid, löste in Wasser, dampfte auf dem Wasserbad zur Trockne, glühte vorsichtig und wiederholte diese Operation mehrmals. Es zeigte sich, dass in der Regel nur 1 0/0, höchstens 3 0/0 des Sulfates in Chlorid überführt worden war.

5. Versuch. Ich wiederholte diesen Versuch in ähnlicher Weise, indem ich 0,1585 g eines Gemisches von Kalium- und Natrium-Sulfat (annähernd 1 : 1) zweimal mit je 2,5 g Ammoniumchlorid abrauchte. Im Rückstand bestimmte ich quantitativ das Chlor und erhielt **0,0085 g** (statt 0,0704 g), welche Menge 12,05 0/0 umgesetztem Kalium-Natriumsulfat entspricht. Wie man aus diesen Daten entnimmt, stimmen dieselben weder mit den Angaben von Nicholson noch mit jenen von Rose überein, sondern entsprechen einem Mittelwert.

4. Einwirkung von Ammoniumchlorid auf Natrium- und Kaliumfluorid.

Während sich Kalium- und Natrium-Sulfat, wie eben gezeigt, nur sehr schwer mit Ammoniumchlorid umsetzen lassen, gehen nach dem folgenden Versuche die entsprechenden Fluoride glatt in Chloride über.

6. Versuch. 5 cc unserer Alkalilösung wurden mit Flusssäure angesäuert und hierauf eingedampft, der Rückstand mit Wasser aufgenommen, 2,5 g Ammoniumchlorid zugesetzt, wiederum zur Trockne verdampft, abgeraucht und schwach geglüht. Diese Operationen wurden noch einmal wiederholt und als Gewicht dieses Rückstandes erhalten:

$$\text{KCl} + \text{NaCl} = 0,1327 \text{ g.}$$

Der Chlorgehalt dieser Menge wurde ebenfalls quantitativ bestimmt und in Übereinstimmung mit dem 3. Versuch gefunden:

$$\text{Cl} = 0,0700 \text{ g.}$$

¹⁾ Poggendorf's Annalen **74**, 568.

²⁾ Chem. Zentralblatt 1872, S. 726 und Chem. News **26**, 147; vergl. diese Zeitschrift **13**, 54.

B. Aufschluss von Silikaten nach der Flusssäure-Salzsäure-Methode.**1. Vorbereitung des Silikates zur Analyse.**

Um mit Erfolg die Silikate nach der Flusssäure-Salzsäure-Methode aufzuschliessen zu können, muss man der Zerkleinerung der Substanz eine ganz besondere Sorgfalt widmen. Das Gestein wird zunächst im Stahlmörser — später im Achatmörser — so weit wie möglich zerkleinert und die gesamte in Angriff genommene Menge durch ein Sieb von 1600 Maschen pro Quadratcentimeter durchgelassen. Eisenteilchen, welche sich beim Verarbeiten im Stahlmörser stets dem Pulver beimengen, werden nun mit Hilfe eines Magneten demselben entzogen und gleichzeitig das Pulver nochmals gut durchgemischt. Von diesem Durchschnittsmuster werden nun im Achatmörser $1-1\frac{1}{2}$ g Substanz für den Flusssäure-Salzsäure-Aufschluss weiter zerrieben, wobei jeweils nur 0,1—0,2 g Substanz — eine Federmesserspitze voll — in Arbeit genommen wird. Diese Menge wird so lange durch eine kreisende Bewegung mit dem Pistill bearbeitet bis die Substanz an der Mörserwandung fest anhaftet, und bis das nun entstandene feine Mehl »schmiert«.

2. Aufschluss mit Flusssäure-Salzsäure.

Nachdem dieses feinste Mehl noch 1—2 Stunden im Wassertrockenschrank getrocknet ist, wägt man annähernd 1 g Substanz ab; gibt dieselbe in eine Platinschale, durchfeuchtet die Probe vorsichtig mit einigen Tropfen Wasser, setzt unter behutsamem Umrühren mit dem Platinspatel einen halben Platintiegel voll — 10 bis 15 cc — konzentrierte Flusssäure zu und dampft auf dem Wasserbad langsam zur Trockne. Jetzt nimmt man mit 5—10 cc Salzsäure (1 : 1) auf, setzt wieder etwa 10 cc Flusssäure hinzu und dampft nochmals ab. Die Flusssäure hat nun ihre Arbeit getan; die Hauptmenge der Kieselsäure hat sie in Siliziumfluorid übergeführt, welches letzteres sich beim Abdampfen bereits verflüchtigte. Der Rückstand ist nun meistens rein weiss gefärbt und besteht aus den Fluoriden, beziehungsweise Kieselfluoriden der anwesenden Basen. (Hier und da vorkommende dunklere Partien rühren von Erzen oder von kohligen Substanzen her.) Jetzt wird mit dem Abdampfen mit Salzsäure begonnen, und zwar geschieht dies zirka sechsmal nacheinander auf dem Wasserbad mit je 10—20 cc Salzsäure (1 : 1). Bei blei- oder baryumhaltigen Silikaten ist die Konzentration der Salzsäure zu verringern, oder die Menge der jeweils angewandten verdünnteren Säure zu vergrössern.

Nach diesen Manipulationen werden nun alle Basen nur noch als Chloride vorhanden sein. Nach dem Aufnehmen mit schwach saurem, heissem Wasser muss daher der Rückstand klar in Lösung gehen, worauf die Trennung, beziehungsweise Bestimmung der vorhandenen Metalloxyde von Aluminium, Eisen, Mangan, Kalzium, Magnesium, Kalium und Natrium wie üblich erfolgen kann, wobei die Alkalien vorteilhaft nach der bekannten Quecksilberoxydmethode von den übrigen Metallen isoliert werden.

C. Silikate, welche nach der Flusssäure-Salzsäure-Methode aufgeschlossen oder analysiert wurden.

a) Qualitative Aufschlussversuche.

Die nachfolgend verzeichneten, natürlichen und künstlichen Silikate konnten mit Leichtigkeit nach der soeben besprochenen Methode aufgeschlossen werden. Es wurde jeweils etwa 1 g Substanz verwendet und die Aufgabe als gelöst betrachtet, sobald der Salzsäureabdampfrückstand mit schwach angesäuertem Wasser (basische Eisenchloride) in Lösung ging.

a) Natürliche Silikate.

1. Olivin vom Geisspfadpass.
2. Amphibolith vom Geisspfadpass.
3. Diallag aus dem Val Deserta.
4. Laterit von Moesi Ilir, Resid. Palembang, S. Sumatra.
5. Hornblendeschiefer vom Simplon.
6. Grünschiefer vom Banhorn.
7. Antigoriogneis von Crodo.
8. Granithornfels aus dem Cairascatal.
9. Clintonitphyllit von Brig.
10. Glimmeriger Bündnerschiefer von Pta. Maror.
11. Granathornfels von Crevola.
12. Albitschiefer von Visp.
13. Stilpnomelan vom Mont Chemin.
14. Granatglimmerschiefer von Bérisal.
15. Quarzitischer Schiefer von der Teggiolaspitze.
16. Gneisartiger Triasquarzit von Eisten.
17. Serizitschiefer aus dem Etlital.

β) Künstliche Silikate (Gläser¹⁾).

1. Baryt-Leichtflint (Blei-Baryum-Kalium-Silikat).

Beim Zusatz der Flusssäure erhitzte sich die Probe stark unter gleichzeitigem Abscheiden einer grossen Menge eines schweren Niederschlages von Baryum- und Bleifluorid. Beim Abdampfen mit Salzsäure (1:1) löste sich der Niederschlag nur ziemlich hartnäckig. Es zeigte sich dabei, dass die verwendete Salzsäure zu konzentriert war, so dass das sich bildende Baryumchlorid nicht mehr in Lösung gehalten werden konnte und dadurch der Aufschluss erschwert wurde. Nach sechsmaligem Eindampfen mit je 20 cc Salzsäure verblieb immer noch ein ganz kleiner Teil beim Aufnehmen mit Wasser als Ungelöstes zurück. Ich filtrierte daher die Chlorbaryum enthaltende Lösung ab und spritzte den Rückstand wieder in die Platinschale zurück. Nach zweimaliger Behandlung mit je 10 cc Salzsäure (1:1) konnte auch der Rest in Wasser klar gelöst werden. Die Aufschlussdauer betrug 5 Stunden.

2. Gewöhnliches Leichtflint (Kalium-Blei-Silikat).

Ein fünfmaliges Abdampfen der Flusssäurereaktionsprodukte mit jeweils 40 cc Salzsäure (1:3) genügte, um alle Basen in Chloride zu verwandeln.

3. Schweres Flint.

Aufschluss wie bei No. 2. Die entstandenen Chloride lösten sich am Schlusse in 80 cc heissem, neutralem Wasser klar auf.

4. Borosilikat-Kron. (Natrium-Kalzium-Silikat mit Borsäure.)

Die Substanz wurde durch Flusssäure leicht zersetzt unter Abscheidung gallertartiger Borfluormetalle, welche trotz fünfmaligem Abdampfen mit je 20 cc Salzsäure (1:1) immer noch nicht vollständig zersetzt waren. Auch ein hierauf folgendes dreimaliges Abdampfen mit je 10 cc Methyl-Alkohol und Salzsäure zur Entfernung eventuell abgeschiedener Borsäure brachte nicht den gewünschten Erfolg. Ich filtrierte daher den Niederschlag ab, spritzte denselben aber nach der Trennung von der ursprünglichen Lösung wieder in die Platinschale zurück und behandelte noch zweimal mit Flusssäure und dann dreimal mit verdünnter Salzsäure, worauf alles leicht von Wasser gelöst wurde.

5. Schwerstes Baryt-Kron (Natrium-Kalzium-Baryum-Silikat).

¹⁾ Die Proben No. 1--5 sind optische Glassorten, welche mir die Firma Schott & Genossen, Jena, bereitwilligst zur Verfügung stellte.

Zum vollständigen Aufschluss war erforderlich eine viermalige Behandlung der Flusssäurereaktionsprodukte mit je 20 cc Salzsäure (1:1) und eine fünfmalige Behandlung mit je 40 cc Salzsäure (1:3).

6. Leicht schmelzbares Röhrenglas (Natrium-Kalzium-Silikat).

Der Aufschluss erfolgte durch siebenmaliges Abdampfen mit je 20 cc Salzsäure (1:1).

Da ich bei dieser Glassorte eine kürzere Lösungsdauer erwartet hatte, schien mir die Frage berechtigt, ob hier die Abwesenheit grösserer Mengen von Eisensalzen damit in Zusammenhang stehe. Ich wiederholte deshalb den Versuch mit der gleichen Menge Natrium-Kalzium-Silikat nochmals, wobei aber die zur Trockne abgedampften Flusssäurereaktionsprodukte mit 1 g Eisenchlorid versetzt wurden. Nach nur viermaligem Abdampfen mit je 20 cc Salzsäure (1:1) war alles glatt aufgeschlossen, woraus man annehmen darf, dass die Abwesenheit grösserer Mengen von Eisensalzen, wie dies bei den meisten natürlichen Silikaten der Fall ist, den Aufschluss begünstigt.

b) Quantitative Aufschlussversuche.

Ein Hornblendeschiefer nach der Flusssäure-Salzsäuremethode aufgeschlossen und analysiert, ergab folgende Resultate:

SiO ₂		= 50,20 %
TiO ₂		= 1,75 «
P ₂ O ₅ Spur		= —
CO ₂		= 1,55 «
SO ₃		= —
Al ₂ O ₃		= 16,66 «
Fe ₂ O ₃		= 1,94 «
FeO		= 7,91 «
MgO		= 4,39 «
MnO Spur		= —
CaO		= 8,05 «
Na ₂ O		= 4,25 «
K ₂ O		= 2,06 «
H ₂ O		= 1,59 «
		<hr/>
		100,35 %.

Bei Verwendung von genau einem Gramm Substanz zur Analyse wurde demnach an Alkalien gefunden:

$\text{Na}_2\text{O} = 0,0425 \text{ g}$, entsprechend $0,0802 \text{ g NaCl}$,

$\text{K}_2\text{O} = 0,0206 \text{ g}$, « $0,0326 \text{ g KCl}$,

Somit in Summa: **$\text{NaCl} + \text{KCl} = 0,1128 \text{ g}$** .

Ein zweites Gramm des gleichen Hornblendeschiefers wurde nach der bisher üblichen Flusssäure-Schwefelsäure-Methode aufgeschlossen und nach Überführung der Sulfate in Chloride die Alkalien in Summa bestimmt und gefunden:

$\text{NaCl} + \text{KCl} = 0,1105 \text{ g}$.

Die Differenz aus den gefundenen Alkalichloridmengen der beiden Methoden beträgt $0,0023 \text{ g}$ und ergibt auf die Summe der beiden Alkalioxyde umgerechnet nur eine Analysendifferenz von rund $0,13 \frac{\circ}{10}$.

Qualitativer Nachweis von Gold und Platin in der anorganischen Analyse.

Von

Julius Petersen.

Im hiesigen Laboratorium haben wir bisher die gewöhnliche Behandlung des Schwefelwasserstoffniederschlags benutzt, indem wir nach Isolierung der Sulfide von Gold, Platin, Zinn, Antimon und Arsen nach der Methode von R. Fresenius¹⁾ weiter verfahren.

Dieses Verfahren haben wir im vorigen Semester verlassen und durch ein neues ersetzt, welches unten näher beschrieben werden soll.

Zu der Lösung der Metalle, die schwach sauer reagieren soll, wird ein Überschuss von Zink (in Form von Drehspänen) gesetzt, wodurch Quecksilber, Silber, Blei, Wismut, Kupfer, Kadmium, Platin, Gold, Arsen, Antimon, Zinn, nebst etwas Kobalt und Nickel²⁾ auf das Zink in einer schwammigen oder körnigen Form niedergeschlagen werden; das Arsen wird grösstenteils als Arsenwasserstoff entweichen, was jedoch hier ohne Bedeutung ist. Wenn die Behandlung, die durch schwaches Erwärmen unterstützt werden kann, etwa eine Viertelstunde³⁾ gedauert hat, wird

1) Diese Zeitschrift **25**, 200.

2) Kobalt und Nickel müssen also auch in der Lösung gesucht werden.

3) Wenn ausser Gold und Platin nur Quecksilber vorhanden ist, muss die Behandlung länger fortgesetzt werden (doch höchstens eine Stunde).