

Aufschliessung der Verbindungen.

Tabelle V.

Manche Verbindungen sind in Wasser und Säuren so gut wie unlöslich oder doch so wenig löslich, dass dadurch ihre Untersuchung auf nassem Wege verhindert oder erschwert wird; diese müssen *aufgeschlossen*, d. h. *löslich gemacht* werden. Zu diesen Verbindungen gehören u. A.: die Sulfate von Ba, Sr, Ca; $PbCl_2$, $AgCl$; die Anhydride SiO_2 , SnO_2 , SO_3 ; viele Silicate, Aluminate, Phosphate, Arsenate, Chromate, Chromite, manche schwefelhaltige Mineralien, einige (selten) Metalle, Kohlenstoff.

Welche Gruppe von unlöslichen Verbindungen zum Aufschliessen vorliegt, ist durch die Prüfungen Tabelle I—IV festgestellt, je nach deren Resultat eine der folgenden Methoden zum Aufschliessen gewählt wird. Vorher wird jedoch die aufzuschliessende Substanz stets *sehr fein gepulvert* und ihre direct löslichen Bestandtheile werden durch Ausziehen mit Wasser und Säuren entfernt *und für sich untersucht*.

Einige *organische* Verbindungen (z. B. Cyannmetalle, ferro- und ferricyanwasserstoffsaures Salz, Salze der Weinsäure und Citronensäure u. s. f.) sind zwar in Wasser leicht löslich, lassen sich aber nicht nach dem vorgeschriebenen Analysengang untersuchen, weil die charakteristischen Reactionen der in ihnen enthaltenen Elemente in Folge der Anwesenheit organischer Materien oft ganz ausbleiben. Solche Verbindungen sind durch Behandlung nach g oder h für die Analyse vorzubereiten.

Es werden aufgeschlossen: ¹⁾

Durch Zusammenschmelzen eines (einigen) Gemenge der Substanz mit 3—4 Th. kohlens. Natron-Kalk.	Sulfate (von Ba, Sr, Ca, Pb).	Nach dem Schmelzen enthält die Masse in H_2O unlösliche Carbonate von Ba, Sr, Ca, Pb u. s. f. und in H_2O lösliche Sulfate und Carbonate der Alkalien; sie wird mit H_2O ausgelaugt und der sehr gut ausgeschiedene Rückstand in HCl (oder NO_3H) gelöst und wie gewöhnlich untersucht.
	Sulfate und Kieselhydrate.	Das äusserst fein gepulverte Mineral wird etwa $\frac{1}{2}$ Stunde geschmolzen, die Schmelze mit HCl ausgezogen und etwa drei Mal mit conc. HCl zur Tröbche eingedampft ²⁾ , von dem ausgeschiedenen SiO_2 abfiltrirt, und das Chloralkali und event. andere Metallechloride enthaltende Filtrat wie gewöhnlich untersucht.
Durch Zusammenschmelzen mit Aetzbaryt.	Chloride, Fluoride, Phosphate, Anhydride u. s. w.	Die meisten Verbindungen werden dabei in Carbonate oder Oxyde verwandelt oder bis zu Metall reducirt. Der nach dem Aufschmelzen mit H_2O bleibende Rückstand wird in NO_3H gelöst und weiter untersucht. Aus Anhydriden können sich beim Verschmelzen auch in Wasser lösliche Verbindungen bilden.
	Sulfate, die auf Alkalien geprüft werden sollen.	Die Schmelze wird in HCl gelöst, durch wiederholtes Eindampfen mit HCl das SiO_2 unlöslich abgeschieden ³⁾ , aus dem Filtrat das Ba durch $CO_2(NH_4)_2$ ausgefällt, die Flüssigkeit auf Alkalien geprüft.
Durch Zusammenschmelzen mit saurem schwefels. Kalium.	Chromate, Aluminate.	Das SiO_2 HCl ersetzt sich in der Glühhitze unter Abgabe von SO_2 , wobei das Cr, Al, Fe u. s. w. angeht und in Sulfate verwandelt.
	Chromate (namentlich Chromsäure- stein).	Das zunächst grob gepulverte Mineral wird erst für sich kurze Zeit stark geglüht, dann so fein wie irgend möglich gepulvert und mit calcinirter Soda geschmolzen, zuletzt der Schmelze etwas NO_3K hinzugefügt ⁴⁾ .
Durch Erwärmen mit Fluorwasserstoffsäure (oder $CaF_2 + SO_2H_2$).	Sulfate.	Alles Si geht in flüchtiges SiF_4 über, die gleichzeitig entstehenden Fluoride der vorher an SiO_2 gebundenen Metalle werden durch Eindampfen mit SO_2H_2 in Sulfate verwandelt und dann untersucht.
	Metallnitrade ⁵⁾ (z. B. Fahlerz und andere Mineralien).	Man erwärmt die in einem Kugelrohr befindliche Substanz im Cl -Strom. Es entweichen dabei als Chloride S, Sb, As, Hg und ein Theil des Fe; diese werden in H_2O oder HCl aufgefangen und wie gewöhnlich nachgewiesen. Im Kugelrohr bleiben die Chloride von Ag, Pb, Cu, Zn, Fe.
Durch Erhitzen im trocknen Chlorstrom.	Metalle.	Diese werden in Chloride übergeführt (z. B. die in den Tabellen sonst nicht berücksichtigten Platin-Metalle).
	Fluoride.	Das F entweicht als HF , im Rückstand bleiben Metallsulfate.
Durch Erhitzen mit conc. Schwefelsäure.	Sulfate.	Die Operation muss im zugeschlossenen Glasrohr ausgeführt werden bei einer Temperatur von ca. 200°.
	Organische Verbindungen.	(z. B. Ferrosyankalium). Die kohlenstoffhaltige Substanz wird zerstört und die Metalle werden in meist leicht lösliche Sulfate verwandelt.
Durch Glühen.	Organische Verbindungen.	Die Metalle der organischen Säuren werden durch Glühen zum Theil in kohlensaure Salze, zum Theil in Metalloxyde oder Metalle, also in Säuren lösliche Körper verwandelt. — Kohlenstoff wird durch Glühen im O-Strom mit CuO oder CrO_2Pb zu CO verbrannt.

¹⁾ Das Aufschliessen geschieht im Platin- oder Porzellangefäß. Fliegengläser sind zu vermeiden, wenn flüchtige Substanzen angewendet sind: Leicht reducierbare Metalle (As, Sb, Pb, Bi, Ag u. s. w.), GSK, Fluosphor, Freies Chlor und freies Schwefel, Alkalien, Kohlenstoff.

²⁾ Das wiederholte Eindampfen mit HCl bewirkt, dass aus dem kohlensauren Alkali durch HCl zunächst abgeschieden in Säuren lösliche Kieselhydrat in unlösliches Anhydrid überzufallen.

³⁾ Platinmetalle werden dabei etwas angegriffen. — (Chromsäurestein kann zweckmässig auch durch Zerkleinern mit 2 Th. Borax und 3 Th. kohlens. Natron-Kalk stattdessen gemacht werden.)

⁴⁾ Diese können auch, in H_2O suspendirt, durch Digestion mit $Bron$ aufgeschlossen werden.