

Niederschlag durch Schwefelwasserstoff in schwach saurer erwärmter Lösung.

Dieser Niederschlag kann enthalten:	die Salze:	gelb		weiß	
		Sb_2S_3 Sb_2S_5	As_2S_3 As_2S_5	Hg_2S HgS	PbS $Ag_2S^{(1)}$ Bi_2S_3 CuS

1) Ist nicht vorhanden, wenn der beim Anheuern der ursprünglichen Lösung durch Salzsäure entstehende Niederschlag abfiltriert wurde.
2) Da einige S-Verbindungen der Metalle dieser Gruppe, namentlich Schwefelzinn, sehr löslich in starker HCl sind, darf die mit SH_2 zu fällende Lösung nicht zu stark sauer sein, fernerfalls, aber muss sie vor dem Erhitzen des SH_2 genügend mit Wasser verdünnt werden.

Trennung des As, Sb, Sn von Hg, Pb, Ag, Bi, Cu, Cd.

[Beruht darauf, dass die dem Säureanhydriden analog sich verhaltenden Salze Sb_2S_3 , As_2S_3 und die Salze As_2S_5 , Sb_2S_5 mit Schwefelalkaliden sich in Wasser löslichen Salzen geschwefelter Säuren vereinigen:

$Sb_2S_3 + 3K_2S = 2SbS_2K_3$; $Sb_2S_3 + 3K_2S = 2SbS_2K_3$; $As_2S_3 + 3Na_2S = 2AsS_2Na_3$; $As_2S_3 + (NH_4)_2S = 2AsS_2(NH_4)_2$
und dass bei Anwendung von Alkalipolymerisaten auch Zinnarsen, ebenso wie As_2S_3 und Sb_2S_3 , nach Aufnahme von Schwefel als Sulfid in Lösung geht:

$Sb_2S_3 + 3K_2S + 2S = 2SbS_2K_3$; $As_2S_3 + 3Na_2S + 2S = 2AsS_2Na_3$; $As_2S_3 + (NH_4)_2S + 2S = 2AsS_2(NH_4)_2$

während die Schwefelmetalle Hg_2S , HgS , PbS , Ag_2S , Bi_2S_3 , CuS auf diese Weise lösliche Verbindungen nicht geben und CuS nur bei Anwendung von Ammoniumpolymerisat sich in geringer Menge löst.]

Ist die Antimonhaltigkeit von Kupfer durch Prüfung des Niederschlages mit der Phosphorsalzperle nachgewiesen, so erwärmt man den gesammelten Niederschlag gelinde mit Kaliumpolymerisat, bei Abwesenheit von Kupfer mit Ammoniumpolymerisat, und filtriert.

Der Niederschlag kann bestehen aus:
 HgS , PbS , Ag_2S , Bi_2S_3 , CuS , CdS .
Er wird nach Tab. IX verarbeitet.

2) Zu alkalischen Schwefelalkaliden
ist Schwefelzinn haltbar sehr löslich.

Die Lösung kann enthalten: As_2S_3 , M_3 , Sb_2S_3 , M_3 , SnS_2 , M_2 ($M = K$ oder NH_4). Sie wird mit Salzsäure schwach angesäuert; dadurch können ausgetrieben werden:

Schwefel (weiss, milchig), As_2S_3 (gelb), Sb_2S_3 (orange), SnS_2 (gelb),
 $[K_2S_3 + 2HCl = 2KCl + H_2S + S]$

$2As_2S_3 + 6HCl = 4AsS_2 + 6KCl + 3H_2S$

$2Sb_2S_3 + 6HCl = 4SbS_2 + 6KCl + 3H_2S$

Der Niederschlag wird, wenn er nicht aus reinem Schwefel (verbrennt mit blauer Flamme ohne Rückstand und verbreitet dabei Geruch nach SO_2) besteht, nach Tab. VIII behandelt. Von dem dort angegebenen Methoden wählt man je nach dem Resultat der unten folgenden Vorprüfungen Meth. 1 oder 2 bei Abwesenheit von Sb , Meth. 4 bei Abwesenheit von As , Meth. 5 bei Abwesenheit von Sn ; doch können, Meth. 5 ausgenommen, in jedem Fall auch die anderen Methoden benutzt werden.

Vorprüfung der durch Säuren aus Schwefelalkalilösung gefällten Schwefelverbindungen auf As, Sb, Sn.

- 1) Prüfung auf Arsen. Eine Probe des Niederschlages wird mit Zink und Kalilauge (in einem als Marsh'scher Apparat dienenden Reagenzglas) gekocht. Das sich entwickelnde Gas ($H+AsH_3$) schwärzt Silberpapier: Arsen ($2AsH_3 + 12NO_2H + 3H_2O = 12NO + As_2O_3 + 12Ag$).
- 2) Prüfung auf Antimon. Ein kleiner Theil des Niederschlages wird in heisser Salzsäure unter Hinzufügung von wenig $KClO_4$ gelöst, das freie Chlor mit der grünen Theil der HCl verjagt, die rückständige Flüssigkeit auf Platinblech gebracht und ein Stück Zink in dieselbe gelegt. Schwarzer, in verdünnter NO_2H löslicher Fleck: Antimon.
- 3) Prüfung auf Arsen, Antimon und Zinn. Eine Probe der getrockneten Schwefelmetalle wird mit der sechsfachen Menge eines Gemisches von Soda und Cyankalium vor dem Löthrohr auf Kohle geschmolzen. Knoblauchgeruch: Arsen. Sprödes Metallkorn, mit weissem Rauch verbrennend, und weisser Beschlag: Antimon. Graues dunkles Metallkorn, vor dem Löthrohr nicht flüchtig: Zinn.