

Tabelle XIII.

# Methoden, welche zur Trennung der Elemente *Al*, *Cr*, *Fe*, *Zn*, *Mn* dienen, bei Anwesenheit von Phosphaten und Oxalaten.

Ist durch die Vorprüfung Oxalsäure im Schwefelammonium-Niederschlag nachgewiesen worden, so entfernt man dieselbe zunächst, indem man die salzsaure Lösung des Niederschlages zur Trockne verdampft und den Rückstand zum gelinden Glühen erhitzt, wodurch die Oxalate in Carbonate übergehen.

Ist gleichzeitig Phosphorsäure nicht zugegen, so löst man abdam in Salzsäure, füllt durch  $NH_4OH$ ,  $NH_4Cl$  und  $(NH_4)_2S$  die Metalle der Schwefelammoniumgruppe aus, die nach Tab. XII getrennt werden, und bestimmt im Filtrat die vorher an Oxalsäure gebundenen alkalischen Erden wie gewöhnlich.

Hat die Vorprüfung dagegen Phosphorsäure ergeben, so verföhrt man mit der salzsauren Lösung des  $(NH_4)_2S$ -Niederschlags direct — ist ausserdem noch Oxalsäure zugegen, mit dem Glührückstand — nach einer der folgenden Methoden.

**Methode 1.** (Beruht darauf, dass aus sauren phosphorsäurehaltigen Lösungen diese Säure durch Zinn bei Oxydation mit  $HNO_3$  in Form von unlöslichem Zinnphosphat,  $Sn_2(PO_4)_2$ , abgeschieden wird  $(Sn + 4NO_2H = Sn(OH)_2 + 4NO_2; 3Sn(OH)_2 + 4PO_3H_2 = (PO_3)_3Sn_2 + 12H_2O$ ). Da durch  $HCl$  Zinn mit in Lösung gehen würde, muss man mit salzsäurefreien Lösungen arbeiten.)

Die salzsaure Lösung des  $(NH_4)_2S$ -Niederschlags wird zweimal mit  $NO_2H$  eingedampft, resp. der Oxalsäure-Glührückstand wird in *conc.* Salpetersäure gelöst, in die Lösung sodann auf dem Wasserbad allmählich Zinn (Stanniol) im Ueberschuss eingetragen, nach halbstündigem Digeriren, eventuell nach Zusatz von etwas  $HNO_3$ , mit Wasser aufgenommen und filtrirt.

Rückstand besteht aus  $(PO_3)_3Sn_2$  und  $SnO_2$ ; in ihm können sich ausserdem geringe Mengen von Eisen und Thonerde finden. In letzterem Fall löst sich der Rückstand nicht völlig beim Digeriren mit  $(NH_4)_2S$ . Man behandelt alsdann diesen Rückstand nach Tab. XII.

**Lösung** enthält die Nitrate von *Fe*, *Mn*, *Zn*, *Al*, *Cr*; *Ba*, *Sr*, *Ca*, *Mg*. Man versetzt mit Salznik, Ammoniak u. Schwefelammonium.

**Niederschlag:**  
*FeS*, *MnS*, *ZnS*, *Al(OH)\_3* u.  
*Cr(OH)\_3*, wird nach Tab. XII  
verarbeitet.

**Lösung** enthält die vorher an  
Phosphorsäure u. event. Oxalsäure  
gebundenen Erden und kann für  
sich oder vereinigt mit dem ur-  
sprünglichen Schwefelammonium-  
filtrat untersucht werden.

**Methode 2.** (Beruht darauf, dass die Phosphate von Baryum, Strontium, Calcium und Magnesium beim Kochen mit Eisen- und Aluminium-Acetat unter Bildung von unlöslichem Eisen- und Aluminium-Phosphat in lösliche Verbindungen übergeführt werden, während gleichzeitig die noch vorhandenen essigsauren Salze des Eisens und Aluminiums sich unter Bildung basischer Salze abscheiden.)

Die salzsaure oxydirte Lösung des Schwefelammonium-Niederschlags, resp. des Oxalsäure-Glührückstandes wird, nachdem ein Theil mit gelbem Blutungensalz auf Eisen geprüft worden ist, mit Natriumcarbonat neutralisirt und mit viel Natriumacetat und soviel Eisenchlorid versetzt, dass die Flüssigkeit rothbraun aussieht. Man kocht sodann, bis die über dem braunrothen Niederschlag stehende Flüssigkeit farblos ist. (Sollte der N. nicht braunroth, sondern nur gelblich gefärbt sein, so muss unter Zusatz von mehr Eisenchlorid von neuem gekocht werden.)

**Niederschlag** enthält Phosphate. Hydroxyde und Acetate von *Fe*, *Al*, *Cr*, *Zn*. Man zieht denselben mit kalter Natronlauge aus.

**Lösung** enthält:

*Cr*<sup>3+</sup>, *Zn*, *Mn*, *Ba*, *Sr*, *Ca* und *Mg*.  
Man versetzt  $NH_4OH$ ,  $NH_4Cl$  und  $(NH_4)_2S$  zu:

**Rückstand** ent-  
hält das Eisen.  
**Niederschlag** gelb:  
*Cr(OH)\_3*.  
**Filtrat** wird gekocht:  
**Lösung** wird mit  
*HCl* und dann mit  
*NH\_4OH* versetzt; N.  
weiss flockig: *Al(OH)\_3*,  
resp. *AlPO\_4*.

**Niederschlag** besteht aus *Cr(OH)\_3*.  
*ZnS*, *MnS*. Er wird nach einer  
der Methoden in Tab. XII vorar-  
beitet.

**Lösung** enthält die vorher an  
Phosphorsäure und ev. Oxalsäure  
gebundenen alkalischen Erden, auf  
welche wie gewöhnlich geprüft wird.

1) Das Chrom wird der Hauptmenge nach durch essigsaures Natrium niederschlagen, färbt sich jedoch eventuell auch in kleinerer Menge im Filtrat.