



UNIVERSITÄTS-  
BIBLIOTHEK  
PADERBORN

## **Anleitung zur Gesteinsanalyse**

**Dittrich, Max**

**Leipzig, 1905**

B. Analyse der Karbonatgesteine.

---

[urn:nbn:de:hbz:466:1-78313](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:hbz:466:1-78313)

des FeO erhaltene Menge in Abzug zu bringen und die Differenz durch Multiplikation mit 1,1113 auf  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  umzurechnen.

## B. Analyse der Karbonatgesteine.

Karbonate lösen sich im Gegensatz zu den Silikaten in Salzsäure unter Entwicklung von Kohlensäure zu den Chloriden der betreffenden Basen. Die Analyse der Lösung geschieht dann genau so, wie oben beim Borsäureaufschluß Seite 49 angegeben, als ob man das Filtrat von der Kieselsäure vor sich hätte. Es wird jedoch nur selten vorkommen, daß die Substanz sich in Salzsäure vollständig löst; in der Regel hinterbleibt ein manchmal nicht unbeträchtlicher Anteil ungelöst zurück, der aus Quarz oder auch aus durch Salzsäure nicht zersetzbaren Silikaten bestehen kann und gewöhnlich als „Gangart“ bezeichnet wird. In diesem Falle muß man die Lösung, wie oben angegeben, allein untersuchen und unter Umständen den Rückstand für sich analysieren.

### Aufschluß durch Salzsäure.

Zur Analyse derartiger Karbonate gibt man etwa 1 g des fein gepulverten Gesteins in eine geräumige Platin- oder Porzellanschale, durchtränkt das Pulver vorsichtig mit Wasser, fügt unter Bedecken mit einem Uhrglas etwa 50 ccm verdünnte Salzsäure hinzu und erhitzt längere Zeit auf dem Wasserbade. Wenn die

Kohlensäureentwicklung aufgehört hat, spritzt man das Uhrglas ab und dampft unter Umrühren und Zufügen starker Salzsäure mehrere Male vollkommen ein. Den so erhaltenen staubtrockenen Rückstand nimmt man nach dem Erkalten mit konz. Salzsäure und heißem Wasser auf und filtriert nach einigem Erwärmen von Unlöslichem ab. Im Filtrat erfolgt die Bestimmung der sämtlichen Basen wie beim Aufschluß mit Borsäure angegeben.

Der Rückstand, die Gangart, bedarf unter Gangart Umständen einer besonderen Untersuchung; es genügt nicht immer, nur sein Gesamtgewicht zu kennen, welches man durch Glühen vor dem Gebläse ermittelt, sondern auch seine Einzelbestandteile müssen vielfach bestimmt werden. Waren durch Salzsäure ganz oder teilweise aufschließbare Silikate in dem Gestein vorhanden, so läßt sich die durch Zersetzung abgeschiedene und beim Abdampfen mit Salzsäure unlöslich gewordene Kieselsäure dem noch nicht geglühten Rückstand durch Erwärmen mit mäßig starker reiner Sodalösung entziehen und in der erhaltenen Lösung bestimmen. Man gibt zu diesem Zweck den in Salzsäure unlöslichen Rückstand zusammen mit dem Filter in eine Platinschale und erwärmt ihn dort mit 5 bis 10%iger reiner Sodalösung einige Zeit auf dem Wasserbade. Vor dem Filtrieren verdünnt man stark mit Wasser, damit das Filter nicht allzusehr angegriffen wird, dekantiert erst die überstehende Flüssigkeit und wäscht zuletzt auch den hinterbleibenden Rückstand auf dem Filter anfangs einige Male mit verdünnter Salzsäure und schließ-

lich mit heißem Wasser sehr gut aus; nach dem Veraschen und Glühen wird sein Gewicht bestimmt. Soll auch noch dieser Teil analysiert werden, so verfährt man genau so, wie oben beim Silikataufschluß angegeben, und schließt ihn mit Soda auf. — Für die Alkalienbestimmung muss eine neue Portion Gesteinspulver mit Salzsäure zerlegt und der hinterbleibende Rückstand am besten nach LAWRENCE SMITH aufgeschlossen werden.

In der alkalischen Flüssigkeit, welche die in Lösung gegangene Kieselsäure enthält, wird diese in gewohnter Weise durch Abdampfen mit Salzsäure abgeschieden und bestimmt.

#### **Glühverlust.**

Die Ermittlung des Glühverlustes in Karbonatgesteinen geschieht in gleicher Weise wie bei den Silikaten (S. 60) angegeben und hat auch hier geringe Bedeutung; sie liefert ebenfalls nur ungefähr die Summe der in der Hitze flüchtigen Substanzen.

#### **Wasser.**

Für die Wasserbestimmung in Karbonatgesteinen empfehlen sich die Methoden von Brush-Penfield (S. 61) und von Jannasch (S. 63 u. f.); die Ausführung erfolgt ebenso, wie dort angegeben, ohne daß dabei besondere Vorsichtsmaßregeln zu beachten wären.

#### **Kohlensäure.**

Die Bestimmung der Kohlensäure geschieht fast ausschließlich durch Austreiben mittelst Säuren. Hier-

für sind eine ganze Reihe von Apparaten angegeben, welche entweder indirekt aus der Gewichts­differenz vor und nach dem Austreiben der  $\text{CO}_2$  (Apparate von Bunsen, Geisler usw.) oder durch direkte Wägung der ausgetriebenen Kohlensäure die Ermittlung derselben gestatten. Von den letzteren Apparaten gibt besonders der ursprünglich von Fresenius angegebene, später von Classen und anderen modifizierte Apparat recht genaue Resultate und ist stets, wenn einmal zusammengestellt, sofort gebrauchsfertig.

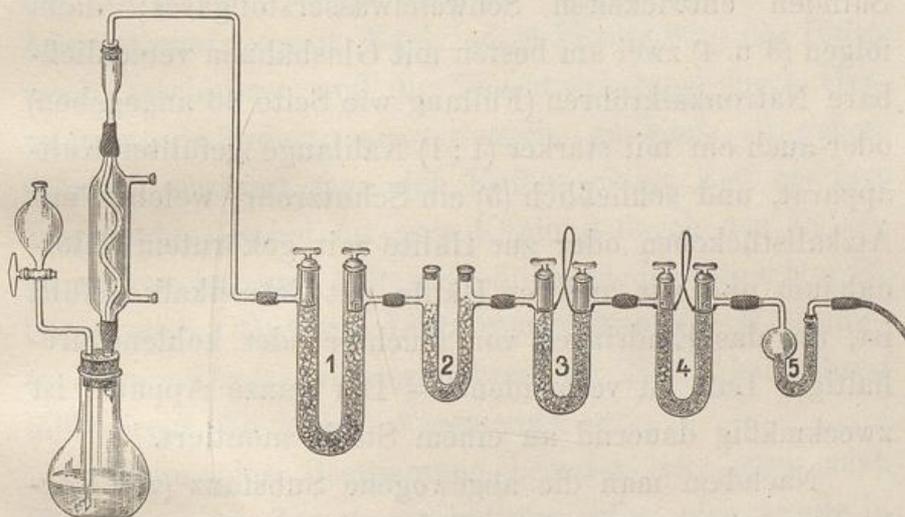


Fig. 5. Apparat zur Bestimmung der Kohlensäure.

Wie aus der Abbildung ersichtlich, besteht der Apparat aus einem mit einem doppelt durchbohrten Gummistopfen versehenen Erlenmeyer- oder Rundkolben von etwa  $\frac{1}{4}$  Liter Inhalt; durch die eine Bohrung geht bis auf den Boden des Kolbens das Rohr eines Tropftrichters, während durch die zweite Öffnung ein kurzer

Schlangenkühler führt, welcher das beim späteren Erhitzen verdampfende Wasser kondensieren soll. An den Kühler schließen sich, durch starkwandige Kautschukschläuche gut verbunden, (1) ein U-Rohr, gefüllt mit Bimssteinstückchen oder Glasperlen, welche mit konz. Schwefelsäure getränkt sind, so daß sich in der Biegung so viel Säure befindet, daß dadurch später die Geschwindigkeit des Gasstroms kontrolliert werden kann; (2) ein Rohr mit Kupfervitriolbimsstein<sup>1</sup> zum Zurückhalten mitgerissener Salzsäure oder aus ev. vorhandenen Sulfiden entwickelten Schwefelwasserstoffgases; dann folgen (3 u. 4) zwei am besten mit Glashähnen verschließbare Natronkalkröhren (Füllung wie Seite 66 angegeben) oder auch ein mit starker (1 : 1) Kalilauge gefüllter Kaliapparat, und schließlich (5) ein Schutzrohr, welches mit Ätzkalistückchen oder zur Hälfte mit gekörntem Chlorcalcium und zur anderen Hälfte mit Natronkalk gefüllt ist, um das Eindringen von feuchter oder kohlendioxidhaltiger Luft zu vermeiden. — Der ganze Apparat ist zweckmäßig dauernd an einem Stativ montiert.

Nachdem man die abgewogene Substanz (von Karbonaten nimmt man 0,5—1 g, von kohlendioxidärmeren

---

<sup>1</sup> Zur Darstellung desselben werden etwa erbsengroße Stücke Bimsstein mit einer konz. Kupfervitriollösung in einer Porzellanschale eben übergossen und unter Umrühren zur Trockne verdampft; schließlich erhitzt man die Schale mit Inhalt einige Stunden auf 150 bis 180° im Trockenschrank, bis alles weiß geworden ist; das erhaltene Präparat wird sofort in die U-Röhre eingefüllt oder in sorgfältig verschlossenen Gefäßen aufbewahrt.

Gesteinen bis 10 g) in den Kolben gegeben und mit Wasser angerührt hat, leitet oder saugt man durch den Apparat, an dem vorläufig die beiden Natronkalkröhren (3 u. 4) noch fehlen, durch Kalilauge oder Natronkalk von Kohlensäure befreite Luft<sup>1</sup> in langsamen Strome hindurch, fügt wenn anzunehmen ist, daß alles Kohlendioxyd aus dem Apparat vertrieben ist, die beiden gewogenen Natronkalkröhren ein und läßt aus dem Tropftrichter langsam in mehreren Anteilen mäßig verdünnte Salzsäure (1:2) in den Kolben fließen; dadurch wird das Karbonat zersetzt und die CO<sub>2</sub> entweicht in die Absorptionsapparate. Nach jedem Zusatz wird der Hahn rasch geschlossen und die Gasentwicklung durch Umschütteln befördert; wenn dieselbe zu Ende zu gehen scheint, erwärmt man den Kolben einige Zeit bis fast zum Sieden, wobei für gute Kühlung durch den Kühler zu sorgen ist, und läßt schließlich wieder unter Durchleiten eines CO<sub>2</sub>-freien Luftstromes etwa  $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{2}$  Stunde erkalten. Die Gewichtszunahme der Natronkalkröhren gibt direkt die Kohlensäuremenge an.

Wenn eine Bestimmung beendet ist, kann nach Säuberung des Zersetzungskolbens sofort eine zweite in Gang gesetzt werden.

### Eisenoxydul.

In den Karbonatgesteinen ist das Eisenoxydul an CO<sub>2</sub> gebunden; ein besonderer Aufschluß durch Fluß-

<sup>1</sup> Man setzt zweckmäßig ein größeres Natronkalkrohr dicht in den Tropftrichter ein.

Schwefelsäure wie bei den Silikaten (S. 71 u. f.) ist daher hier nicht nötig. Es genügt, die Substanz mit verdünnter Schwefelsäure zu zersetzen und das in Lösung gegangene FeO-Salz durch Titration mit Permanganat zu bestimmen. Nur muß man bei der Lösung sorgfältig darauf achten, daß dabei keine Oxydation durch die Luft eintritt. Der Aufschluß erfolgt deshalb vorteilhaft im Bunsenschen Ventilkölbchen, einem starkwandigen 150 ccm-Rundkölbchen, dessen Verschluß zwar Gase aus dem Innern entweichen, aber keine atmosphärische Luft eindringen läßt.

Der Verschluß besteht aus einem einfach durchbohrten Kautschukstopfen mit 5 cm langem Glasröhrchen, über welches ein Stück englumiger Kautschuk-schlauch gezogen ist, in dessen Mitte ein 5 mm langer Längsschlitz mit scharfem Messer geschnitten wird; das offene freie Ende des Schlauches verschließt man durch ein Glasstäbchen. In das Kölbchen gibt man die abgewogene Substanz (etwa 0,5 g), fügt einige Körnchen Natriumbikarbonates hinzu, damit bei Säurezusatz sofort durch die reichlich sich entwickelnde  $\text{CO}_2$  die oxydirende Luft verdrängt wird, füllt das Kölbchen zu einem Drittel mit verdünnter Schwefelsäure und erwärmt es auf dem Drahtnetz gelinde. Wenn sich keine Gasblasen mehr entwickeln, und alles Karbonat gelöst erscheint, verschließt man das Ventil durch Einschieben des Glasstäbchens, wickelt wegen ev. Explosion ein Handtuch um das Kölbchen und läßt es erkalten. Sodann nimmt man den Stopfen ab, spritzt daranhängende Flüssigkeit

in das Kölbchen hinein und bestimmt das FeO durch Titration mit Permanganat wie S. 72 u. f. beschrieben.

### Phosphorsäure.

In Karbonatgesteinen findet sich Phosphorsäure häufig als Apatit bzw. Phosphorit. Man kann dieselbe dadurch bestimmen, daß man eine abgewogene Menge Gesteinspulver, etwa 1 g, in Salpetersäure unter Erwärmen löst und die erhaltene Lösung mit molybdaensaurem Ammonium nach S. 29 fällt und weiter behandelt, wie dort beschrieben.

Bei der Abscheidung der Basen stört jedoch in vielen Fällen die Phosphorsäure, namentlich wenn größere Mengen von Phosphaten anwesend sind, Eisen und Tonerde aber fast vollständig fehlen. Dann wird bei der Ammoniakfällung neben den geringen Mengen Aluminiumphosphat auch eine dem Rest der Phosphorsäure entsprechende Menge Calciumphosphat niedergeschlagen. Zur Trennung schmilzt man in diesem Falle den veraschten Niederschlag (nach zweimaliger Fällung) mit mehreren Gramm kohlsauren Kaliums im Platintiegel in gleicher Weise, wie bei dem Sodaaufschluß beschrieben. Die Schmelze wird in wenig heißem Wasser gelöst, der hinterbleibende Rückstand abfiltriert und mit heißem Wasser ausgewaschen. Nach Lösen in Salzsäure trennt und bestimmt man darin in gewöhnlicher Weise Aluminium, Eisen, Kalk usw. Das alkalische Filtrat säuert man mit Salzsäure gut an, dampft ziemlich ein und fällt in der erkalteten und durch Ammoniak stark

alkalisch gemachten Lösung die Phosphorsäure durch vorsichtigen Zusatz von Magnesiamixtur als Magnesiumammoniumphosphat aus. Die Weiterbehandlung erfolgt wie früher S. 30 beschrieben.

### **Schwefel.**

In den Karbonatgesteinen finden sich ebenso wie in Silikatgesteinen Sulfate und Sulfide als accessorische Bestandteile. Die Bestimmung des darin enthaltenen Schwefels geschieht in gleicher Weise wie bei den Silikaten S. 76—78.

### **Chlor.**

Auch für die Ermittlung des Cl-Gehaltes sind dieselben Vorschriften zu benutzen wie S. 79 für Silikatgesteine angegeben.

### **Baryum.**

Von Karbonatgesteinen zieht man einige Gramm Gesteinspulver in der Wärme mit verdünnter Salzsäure aus, fällt das zum Sieden erhitzte Filtrat mit verdünnter Schwefelsäure, reinigt und bestimmt das sich abscheidende Baryumsulfat wie oben S. 80 angegeben.

### **Strontium.**

Die Bestimmung des Strontiums erfolgt ebenso wie bei den Silikaten S. 81.