



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Anleitung zur Gesteinsanalyse

Dittrich, Max

Leipzig, 1905

Magnesium.

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

enthaltenden Flüssigkeit gefällt wurde, wäre die Bestimmung, wenn der Niederschlag sofort geglüht und gewogen worden wäre, viel zu hoch ausgefallen; erst durch nochmaliges Fällen ist er frei von Alkalien zu erhalten. Die ablaufende salzsaure Lösung des oxalsauren Calciums fängt man in dem zur ersten Fällung angewandten Bechergläse auf und wäscht jetzt das Filter mit heißem Wasser gut aus. Das salzsaure Filtrat erhitzt man zum Kochen, fügt noch 5—10 ccm konz. Ammoniumoxalatlösung hinzu, und fällt das Calcium durch vorsichtigen Zusatz von heißem Ammoniak wieder aus; damit das Glas durch das heiße Ammoniak beim Stehen nicht allzusehr angegriffen wird, macht man sodann die Flüssigkeit mit Essigsäure schwach sauer. Schon nach vier bis sechs Stunden, je nach der Menge des Niederschlages, kann das Calciumoxalat abfiltriert, und nach dem Auswaschen mit heißem Wasser im Platintiegel naß verascht und schließlich vor dem Gebläse bis zur Gewichtskonstanz geglüht werden; auf diese Weise wird es in CaO übergeführt¹ und als solches bestimmt.

Magnesium.

In den Filtraten von den Calciumfällungen wird das Magnesium durch Natriumphosphat² als Magnesium-

¹ Hier ist noch der im Filtrat von Eisen (Seite 15) erhaltene Kalk hinzuzurechnen.

² Nach der Modifikation von H. Neubauer, Zeitschrift f. angew. Chemie 1896, S. 439.

ammoniumphosphat $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ abgeschieden und als Magnesiumpyrophosphat $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ gewogen. Vor der Fällung müssen zunächst erst die verschiedenen mit Salzsäure schwach angesäuerten Filtrate ziemlich stark eingedampft werden, ohne daß jedoch beim Erkalten eine Salzabscheidung eintreten darf. Zu der erkalteten sauren Flüssigkeit gibt man zunächst phosphorsaures Natrium und sodann unter kräftigem Umrühren mit einem Glasstabe 10%iges Ammoniak im Überschuß ($\frac{1}{3}$ des Volumens) hinzu. Nach dem Absetzen des Niederschlages prüft man mit einigen Tropfen phosphorsauren Natriums, ob alles ausgefällt ist, fügt, wenn nötig, noch etwas Phosphatlösung hinzu und läßt vier Stunden stehen. Vor dem Filtrieren ist es empfehlenswert, die Fällung erst einige Zeit umzuschütteln und dann wieder absitzen zu lassen, um auch die letzten Teilchen vollständig zur Abscheidung zu bringen; den Niederschlag wäscht man einige Male mit verdünntem Ammoniak ($2\frac{1}{2}$ % ig) und löst ihn dann auf dem Filter wieder in Salzsäure. Nach dem Auswaschen des Filters gibt man etwas Chlorammonium und einige Tropfen Natriumphosphatlösung zum Filtrat und fällt das Magnesium von neuem durch Zusatz eines Drittels des bisherigen Flüssigkeitsvolumens mit 10%igem Ammoniak. Schon nach vier Stunden kann filtriert werden; man gibt zunächst die überstehende Flüssigkeit auf das Filter, dekantiert den Niederschlag anfangs einige Male mit $2\frac{1}{2}$ % igem Ammoniak, bringt ihn dann selbst aufs Filter und wäscht ihn dort mit dem gleichen verdünnten

Ammoniak solange aus, bis das ablaufende Filtrat nach dem Ansäuern mit Salpetersäure mit Silberlösung nur noch eine schwache Opaleszenz zeigt. Das Filtrat enthält, wenn die Fällung in möglichst konzentrierter Lösung vorgenommen wurde, in der Regel kein Magnesium mehr und kann fortgegossen werden, falls durch weiteren Zusatz von phosphorsaurem Natrium nach längerem Stehen eine Abscheidung nicht mehr entsteht.

Der erhaltene Niederschlag muß erst an der Luft und später im Trockenschrank bei 90° getrocknet werden. Hierauf löst man durch Drücken und Reiben des Filters möglichst viel von demselben ab und gibt ihn vorläufig in ein Porzellanschälchen. Das Filter selbst wird erst für sich in der Platinspirale langsam verascht, und die Asche in einem gewogenen Porzellantiegel längere Zeit geglüht. Sodann fügt man die in dem Schälchen befindliche Hauptmenge des Niederschlages ebenfalls hinzu, verjagt sehr vorsichtig und langsam das Ammoniak, erhitzt dann stärker und glüht schließlich vor dem Gebläse, bis der Rückstand rein weiß ist. Sollte derselbe grau bleiben, so durchfeuchtet man ihn mit wenig konz. Salpetersäure, verjagt diese vorsichtig und glüht von neuem. Der Rückstand, $Mg_2P_2O_7$, wird gewogen und daraus durch Multiplikation mit 0,3602 das Magnesium als MgO berechnet.