



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Anleitung zur Gesteinsanalyse

Dittrich, Max

Leipzig, 1905

Wasserbestimmung.

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

wogenen Kaliumplatinchlorid berechneten Kaliumchlorid ist hier weniger zu empfehlen, da es durch das Abdampfen mit Quecksilberoxyd nicht gelingt, die Magnesia vollständig abzuscheiden; man muß daher die beim Natriumsulfat davon vorhandenen Mengen durch Fällung mit Natriumphosphat ermitteln und nach Umrechnung auf Sulfat dort abziehen bzw., auf MgO berechnet, der bereits gefundenen Magnesia zuzählen.

Glühverlust.

Wenn die Substanz kein Fe, Cl, S, C oder CO₂ und keine oxydierbaren, nicht flüchtigen Bestandteile (z. B. FeO oder PbS usw.) enthält, ist es möglich, durch bloßes etwa 5 Minuten langes Erhitzen im Platintiegel vor dem Gebläse sämtliches Wasser durch „Glühverlust“ zu bestimmen. Ist aber eine oder die andere obiger Substanzen gleichzeitig neben Wasser zugegen, so gehen diese ebenfalls weg oder oxydieren sich, wie FeO zu Fe₂O₃, und vermehren dadurch das Gewicht der Substanz. In diesem Fall liefert die Glühverlustbestimmung ungenaue Resultate über das vorhandene Wasser und gibt nur einen ungefähren Anhalt von den flüchtigen Substanzen.

Wasserbestimmung.

Für die genaue Bestimmung des in den Gesteinen enthaltenen Wassers sind deshalb besondere Methoden anzuwenden. Es ist hierbei nicht nur der Gesamt-

wassergehalt zu ermitteln, sondern es empfiehlt sich auch, das Wasser, welches schon bei längerem Erhitzen auf 100 bis 110° weggeht, besonders zu bestimmen, weil dadurch Hinweise auf das Vorhandensein von Zeolithen und ähnlichen Mineralien gegeben werden. Man bezeichnet das bei der angegebenen Temperatur weggehende Wasser gewöhnlich als „**hygroskopisches Wasser**“. Sollte der Verlust bei 110° beträchtlich sein, so müßte auch noch bei 125° eine Zeit lang getrocknet werden, um zu sehen, ob hier eine weitere merkliche Gewichtsabnahme stattfindet.

Hygro-
skopisches
Wasser

Zur Ausführung einer derartigen Wasserverlustbestimmung gibt man auf ein gewogenes Uhrglas etwa 1 g Substanz und bringt es in einen Trockenschrank, in welchem es 1 bis 2 Stunden auf die angegebene Temperatur und nach Erkalten und Wiegen noch eine weitere halbe Stunde auf die gleiche Temperatur erhitzt wird. Ist das Gewicht konstant geblieben, so erhitzt man ev. noch in gleicher Weise auf 125°.

Gesamtwasserbestimmung.

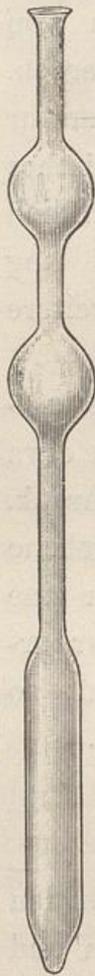
Für diese sind eine ganze Reihe von Methoden vorgeschlagen, doch seien hier nur die einfachsten und am leichtesten ohne kostspielige Apparate ausführbaren angeführt.

Gesamt-
wasser-
bestimmung

a) Wasserbestimmung nach Brush-Penfield.

Wenn außer Wasser von flüchtigen Substanzen nur CO₂ zugegen ist, ist die Wasserbestimmung nach

Methode von Brush und Penfield¹ sehr empfehlenswert. Man erhitzt das Gesteinspulver in einem engen, auf der einen Seite zugeschmolzenen Rohr von schwer schmelzbarem



Kaliglas und fängt in demselben ohne Anwendung von Absorptionsapparaten das ausgetriebene Wasser auf. Das Glasrohr ist, wie die Abbildung (Fig. 3) zeigt, bei einer Gesamtlänge von 25 cm an dem einen Ende länglich oder kugelig erweitert und besitzt in der Mitte eine oder zwei Kugeln. Vor Benutzung muß das Rohr gut getrocknet werden; es geschieht dies dadurch, daß man mit der Luftpumpe einen langsamen Luftstrom hindurchsaugt und dabei gleichzeitig die Röhre mit der Bunsenflamme ziemlich stark erhitzt. Mittels eines trocknen langstieligen Trichters bringt man sodann die Substanz in das geschlossene Ende der wieder abgekühlten Röhre, spannt diese horizontal in eine Klammer ein und verschließt das offene Ende derselben durch einen mit einem kapillaren Glasröhrchen versehenen Gummistopfen oder Gummischlauch, um ein Einströmen von Luft und eine Verflüchtigung des entweichenden Wassers zu vermeiden. So-

Fig. 3. dann erhitzt man das Ende der Röhre erst mit einem kräftigen Bunsenbrenner und schließlich mit dem Gebläse, bis das Glas erweicht; zur Erzielung noch

¹ Am. Journ. Sc. 3 d. series. Vol. XLVIII, S. 31 (1894) und Z. f. anorg. Chemie VII. 22 (1894).

höherer Temperatur kann man sogar das Rohrende, mit dünnem Platinblech umwickelt, in eine aus Holzkohle gemachte Rinne legen und darauf die volle Gebläseflamme richten. Das entweichende Wasser sammelt sich in den kugeligen Erweiterungen, welche nur durch Umwickeln mit feuchtem Filterpapier oder Leinwand kühl gehalten werden können. Wenn alles Wasser ausgetrieben ist, schmilzt man das Rohr dicht hinter dem erweiterten Ende ab, verschließt es mit einem Kork und läßt es langsam erkalten; nachdem es äußerlich getrocknet ist, wiegt man es, jedoch ohne den Stopfen. Sodann erwärmt man es gelinde und saugt mittels einer langen bis an das Ende reichenden Glasröhre Luft hindurch, bis alles Wasser vertrieben ist. Nach dem Erkalten, währenddessen es mit einem Stopfen verschlossen bleibt, wiegt man es von neuem und findet durch Differenz mit der vorigen Wägung das Gesamtwasser; natürlich ist das bis 110° entweichende „hygroskopische Wasser“ später bei der Zusammenstellung der Analysenresultate zu berücksichtigen.

b) Wasserbestimmung nach Jannasch.

Sind außer Kohlensäure noch andere der oben Methode von Jannasch angeführten flüchtigen oder leicht oxydierbaren Substanzen in dem Gestein enthalten, so ist für die Wasserbestimmung die Methode von Jannasch¹ den andern vorzuziehen, da sie bei Anwendung einfacher Apparate

¹ Gewichtsanalyse S. 20.

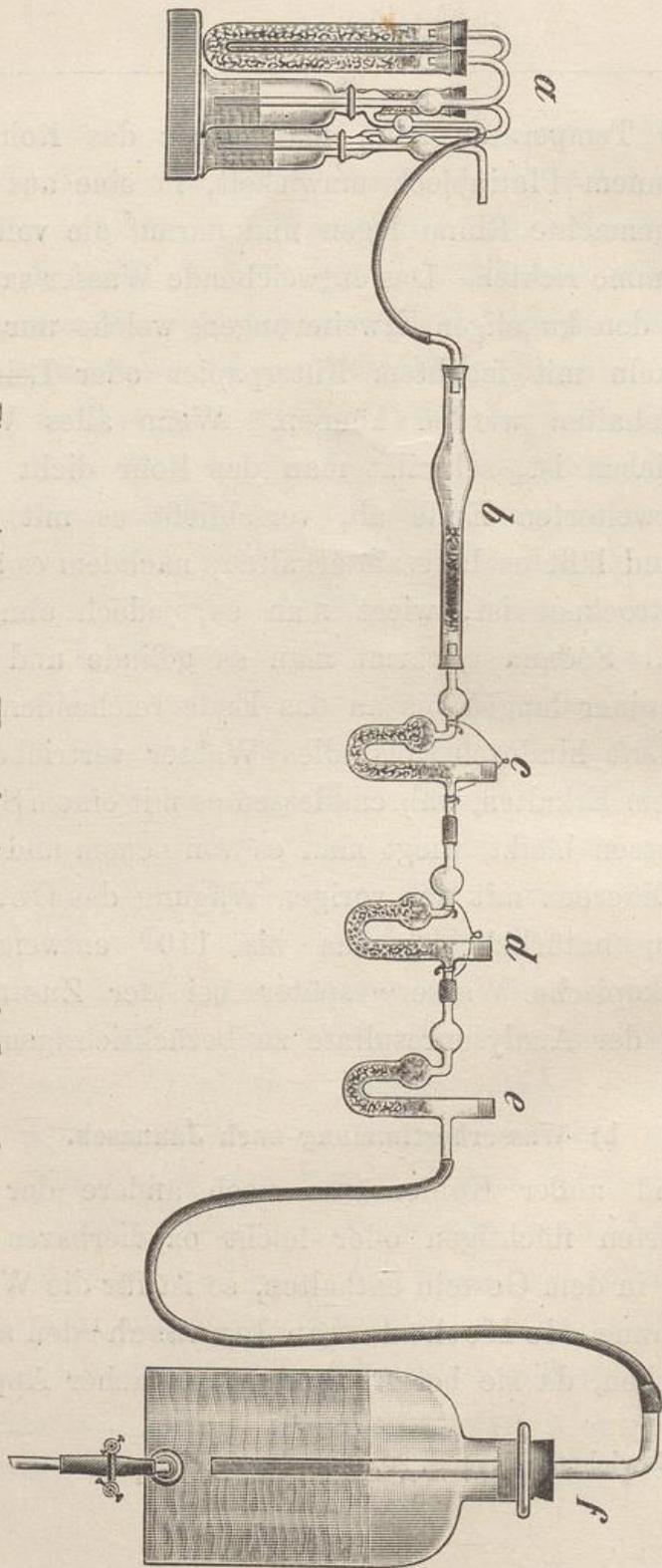


Fig. 4. Apparat zur Wasserbestimmung nach Jannasch.

zuverlässige Zahlen liefert und gleichzeitig auch die Bestimmung geringer Mengen Kohlensäure gestattet. Dieselbe besteht im Erhitzen der Substanz in einem Kaliglasrohr unter Durchleiten eines gut getrockneten Luftstromes und Auffangen des Wassers und der Kohlensäure in vorgelegten Absorptionsapparaten.

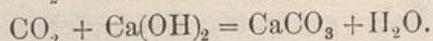
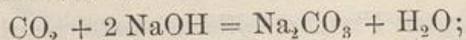
Das Kaliglasrohr (*b* der Abbildung Fig. 4. S. 66) hat eine Länge von 24 cm und eine lichte Weite von 1 cm; ungefähr 10 cm von dem einen Ende ist das Rohr zu einer länglichen Kugel aufgeblasen, welche besonders starkwandig sein muß, damit sie bei dem späteren Erhitzen nicht zusammenfällt oder aufgeblasen wird. Hinter der Kugel bringt man in dem längeren Teile des Rohres zwischen Stopfen von Glaswolle eine lockere Schicht eines aus gleichen Teilen Bleioxyd¹ und Bleisuperoxyd bestehenden Gemenges, welches zum Zurückhalten von Schwefel, Chlor usw. dient. Der kürzere Teil des Rohres steht in Verbindung mit einem gut wirkenden Lufttrockenapparat (*a*),² welcher mit guten Gummistopfen und Schläuchen versehen ist, und dessen Waschflaschen vorteilhaft eingeschliffene Stopfen besitzen, an dem andern Ende werden die Absorptionsapparate, Chlor-

¹ Dasselbe ist vor der Benutzung im Porzellantiegel durch mäßig starkes Erhitzen von anhaftendem Karbonat zu befreien.

² Die äußerste Flasche enthält starke Kalilauge (1:1), das darauffolgende U Rohr gekörntes Chlorecalcium, das folgende ebensolchen Natronkalk und die letzte Waschflasche konzentrierte reine Schwefelsäure.

calcium- (*c*) und Natronkalkrohr¹ (*d*) angebracht; hinter letzterem muß noch ein Chlorcalciumschutzrohr (*e*) angefügt werden, um das Zurückströmen von feuchter Luft zu vermeiden. Die Luft leitet man entweder aus einem

¹ Für die Absorption des Wassers bezw. der Kohlensäure verwendet man Uförmige Röhren mit seitlichen dünnen Röhrenansätzen. Vor der Füllung mit dem Absorptionsmittel schiebt man mit Hilfe eines Drahtes oder Gummischlauches erst einen Watte- oder Glaswollestopfen in die Röhre, gibt sodann grobkörniges, abgeseihtes Chlorcalcium hinein und zum Schluß wieder einen Wattepfropfen; das offene Ende des Rohres schmilzt man entweder ab oder verschließt es mit einem Korkstopfen, den man etwas in die Röhre hineindrückt und mit feinem Siegelack überzieht. Zur Neutralisation der im Chlorcalcium oft enthaltenen basischen Chloride, welche auch Kohlensäure absorbieren würden, leitet man eine Stunde lang einen durch Chlorcalcium getrockneten Kohlensäurestrom hindurch und saugt sodann zur Verdrängung der Kohlensäure von der andern Seite des Chlorcalciumrohres etwa $\frac{1}{2}$ Stunde getrocknete Luft hindurch. Damit man das Rohr bequem an der Wage aufhängen kann, versieht man es mit einer Schlinge aus Platin- oder auch aus Aluminiumdraht; zum Schutz gegen Eindringen oder Abgabe von Wasser verschließt man die Röhre mit kurzen dickwandigen Schlauchstückchen, in denen an den Enden abgerundete Glasstäbchen stecken. Für Verbindungen mit den anderen Absorptions- bezw. Schutzröhren ist besonders dicker ganz englumiger grauer Kautschuckschlauch zu verwenden. — Das Natronkalkrohr wird zu zwei Dritteln mit gekörntem Natronkalk und etwa ein Drittel mit Chlorcalcium gefüllt. Das Calciumchlorid dient zur Aufnahme des bei der Einwirkung der Kohlensäure auf den Natronkalk gebildeten Wassers:



Das darauf folgende Schutzrohr muß zur Hälfte Chlorcalcium und Natronkalk enthalten.

Gasometer durch den Apparat oder, was vielleicht besser ist, man saugt sie mittelst eines Aspirators¹ (*f*) hindurch (Wasserluftpumpen wirken zu ungleichmäßig), welcher mit dem Chlorcalciumschutzrohr durch einen langen Gummischlauch verbunden ist, damit das Schutzrohr, wenn später die Absorptionsapparate weggenommen werden, möglichst rasch und ohne Verschieben des Aspirators an das Kaliglasrohr angesetzt werden kann.

Bei Anwendung eines Aspirators wird das Erhitzen unter etwas vermindertem Druck ausgeführt und die Substanz gibt Wasser bzw. Kohlensäure leichter ab, als wenn dieselbe wie beim Durchblasen von Luft unter Druck stände. In beiden Fällen achte man darauf, jedesmal ungefähr das gleiche Volumen Luft für den Versuch zu verwenden.

Ehe man die eigentliche Bestimmung ausführt, stellt man den Apparat, jedoch ohne die beiden Absorptionsröhren, zusammen, wobei sich das Schutzrohr direkt am Kaliglasrohr befindet, trocknet das letztere besonders die Bleioxydschicht, sorgfältigst durch Erhitzen mit einem Bunsenbrenner unter langsamen Durchleiten bzw. Durchsaugen von Luft, läßt erkalten, setzt jetzt die gewogenen Absorptionsapparate an und erhitzt nun genau so wie bei der später auszuführenden Wasserbestimmung. Man läßt im Luftstrom erkalten,

¹ Der Aspirator besteht aus einer mehrere Liter fassenden Flasche mit unten angebrachtem Tubus; die Geschwindigkeit des Luftstroms wird durch den dort angebrachten Quetschhahn reguliert.

nimmt die Absorptionsapparate ab und verschließt das Erhitzungsrohr sofort mit dem Schutzrohr, um es für spätere Bestimmungen trocken zu erhalten. Zeigen die Apparate nach dem Wiegen eine Zunahme, so ist der Versuch zu wiederholen, bis entweder das Gewicht konstant bleibt oder die Zunahme gleichmäßig ist; im letzteren Falle ist dieselbe als ein konstanter Fehler des Apparates zu betrachten und bei der späteren Bestimmung in Abzug zu bringen.

Zur eigentlichen Bestimmung gibt man etwa $\frac{3}{4}$ bis 1 g der nicht all zu fein gepulverten Substanz auf einen in der Länge halbrundgebogenen 15 cm langen Streifen glatten Papiers, schiebt diesen in die Röhre, so daß die Substanz in die Mitte der Kugel kommt und bringt durch Umdrehen des Rohres und gelindes Schütteln das Pulver in die Kugel. Man verschließt sogleich das Rohr wieder, legt die Absorptionsapparate vor, setzt den Luftstrom in Gang und beginnt sofort mit dem Erhitzen des Rohres mit fächernder Flamme von dem kürzeren Ende anfangend, während man unter die Bleioxydschicht dauernd eine kleine Flamme stellt. Die Substanz erhitzt man schließlich so stark mit einem Teclubrenner, bis das Rohr rotglühend wird und sich aufzublasen bzw. zusammenzufallen droht. Mit fächernder Flamme treibt man zuletzt auch das in der Röhre befindliche Wasser in das Chlorcalciumrohr hinüber und läßt im Luftstrom erkalten. Die Gewichtszunahme der Apparate zeigt direkt die Menge Wasser und CO_2 an.

Bei schwerer aufschließbaren Substanzen mischt man das Gesteinspulver in der Kugel mit gut getrocknetem kohlensäurefreiem Bleioxyd und verfährt sonst genau so, wie eben angegeben.

Wasserbestimmungsmethoden von Sipöcz und von Gooch.

Ist nur wenig Substanz vorhanden, was zwar häufiger bei Mineralien als bei Gesteinen vorkommt, so muß die wesentlich umständlichere Methode von Sipöcz¹ angewendet werden, auf die hier nur verwiesen sei: Erhitzen der mit getrocknetem Natriumkaliumkarbonat gemengten Substanz in einem Platinschiffchen, welches sich in einem weiteren Porzellanrohr befindet und Auffangen des entweichenden Wassers. Ebenso sei auch die Methode von Gooch² erwähnt.

Kohlensäure.

Die Anwesenheit von Kohlensäure in Silikat-Gesteinen deutet stets auf mehr oder weniger starke Zersetzung; wenn irgend möglich sind deshalb zu Gesteins-Analysen, sofern es sich nicht um Verwitterungsprodukte selbst handelt, nur solche Stücke zu verwenden, welche wenig und gar keine Karbonate enthalten.

¹ Tschermak's Mineralog. u. petr. Mitteilungen 1875 S. 211 und Z. f. anal. Chemie 17, 206 und 207.

² Am. Chem. Journ. II. 247 1880, Chem. News. Vol XLII. 326 (1880) und Hillebrand l. c. S. 41 u. f.