



UNIVERSITÄTS-  
BIBLIOTHEK  
PADERBORN

## **Anleitung zur Gesteinsanalyse**

**Dittrich, Max**

**Leipzig, 1905**

Eisenoxydul.

---

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

Zur Prüfung auf Kohlensäure erwärmt man das gröbliche Gesteinspulver im Reagenzglas mit etwas Wasser, um die anhaftende Luft zu vertreiben, welche sonst leicht für Kohlensäure gehalten werden könnte, fügt einige Kubikzentimeter verdünnter Salzsäure hinzu und erwärmt gelinde. Bei größeren Karbonatmengen findet deutliches Aufbrausen statt, während geringe Mengen Kohlensäure am besten durch Anhalten der Mündung des Reagenzglases an das Ohr oder durch Trübung von Barytwasser am Glasstab erkannt werden.

Die Bestimmung geringer Mengen Kohlensäure (0,1—1%) verbindet man am besten mit der des Wassers (nach Jannasch, oben Seite 62), indem man hinter das zur Aufnahme des Wassers bestimmte Chlorcalciumrohr ein Natronkalkrohr fügt und weiter verfährt, wie dort angegeben.

Enthält das Gestein größere Mengen von Karbonaten, so sind dieselben auf nassem Wege durch Einwirkung von verdünnter warmer Salzsäure, wie später bei der Analyse der Karbonatgesteine näher angegeben, zu bestimmen.

### Eisenoxydul.

Man bestimmt die Menge Eisenoxydul, welche in einem Gestein enthalten ist, durch Titration mit Permanganat, nachdem die Substanz durch Schwefelsäure allein oder auch gleichzeitig durch Flußsäure bei Luftabschluß aufgeschlossen ist.

Für den Aufschluß sind zwei Methoden, nach Mitscherlich<sup>1</sup> und nach Cooke<sup>2</sup> und Pebal-Dölter,<sup>3</sup> zu empfehlen, von denen aber keine in jeglicher Beziehung vollkommen befriedigende Resultate liefert.

#### Eisenoxydulbestimmung nach Mitscherlich.

Nach Mitscherlich zersetzt man das Gesteinspulver durch mehrstündiges Erhitzen im geschlossenen Rohr auf 180—200° mit starker Schwefelsäure.

Zu diesem Zweck gibt man in ein trockenes Bombenrohr von eisenoxydulfreiem Kaliglas mittelst einer langen Kugelhöhre oder weiten Trichterrohres etwa  $\frac{3}{4}$ —1 g des äußerst fein gepulverten Gesteins, fügt etwas Wasser hinzu und erwärmt letzteres einen Moment zum Sieden, um dadurch die Luft aus dem Gesteinspulver auszutreiben und ein späteres Festkleben des Gesteins an der Röhrenwandung zu vermeiden. Nach dem Erkalten füllt man das Rohr etwa  $\frac{3}{4}$  voll mit einer abgekühlten Mischung von 3 Teilen konz. Schwefelsäure und einem Teil ausgekochten Wassers und zieht vor dem Gebläse das obere Rohrende zu einem dickwandigen Halse aus. Durch denselben leitet man mittelst eines Capillarrohres einige Zeit CO<sub>2</sub> in das Rohr ein, verdrängt dadurch die über der Säure stehende Luft vollständig und

<sup>1</sup> Journal f. prakt. Chemie 81, 108 und 83, 455 und Z. f. analyt. Chemie 1, 56.

<sup>2</sup> Am. Journ. of Sc. (Sill.) [2] 44. 307. (1867.)

<sup>3</sup> Tschermak's Mineralog. u. petrograph. Mitteilungen 1877, 281 und 1880, 100.

schmilzt schließlich unter stetem Einleiten von Kohlensäure das ausgezogene Rohr möglichst dickwandig ab. Man läßt in senkrechter Stellung erkalten, schüttelt hierauf das Rohr, bis sich die Substanz vollständig in der Säure verteilt hat, und erhitzt es schließlich im Schießofen einen Tag auf 180—200°. Nach dem Erkalten prüft man mittelst Lupe, ob der Aufschluß beendet ist, und erhitzt, sollte es nicht der Fall sein, noch weiter, bis dies erreicht ist. Wenn alles aufgeschlossen ist, sprengt man die Spitze der Röhre ab, wirft dieselbe in eine größere Platinschale, welche mit Schwefelsäure angesäuertes, ausgekochtes Wasser enthält, gibt den Inhalt der Röhre ebenfalls hinein, spült mit gleichem Wasser nach, und titriert mit Permanganatlösung von bekanntem Titer (s. u.) bis zur bleibenden Rotfärbung. Die auf diese Weise erhaltenen Zahlen sind, wenn das Gestein vollständig aufgeschlossen war und frei von Sulfiden<sup>1</sup> ist, recht genau. Leider lassen sich viele Gesteine nach dieser Methode nicht völlig zersetzen. Man kann zwar zu diesem Zweck der Schwefelsäure noch Flußsäure zufügen, ist aber nicht sicher, ob diese nicht eher auf das Glas zersetzend einwirkt als auf das Gestein. Ferner gehen die meist eisenhaltigen Sulfide als FeO-Verbindungen in Lösung, und der dabei entwickelte Schwefelwasserstoff reduziert als Oxyd vor-

<sup>1</sup> Auch die Gegenwart von Vanadin gibt zu Ungenauigkeiten Veranlassung; jedoch kommt dasselbe in Gesteinen meist nur selten und in sehr geringer Menge vor und ist infolgedessen in dieser Anleitung nicht weiter berücksichtigt.

handenes Eisen zu Oxydul; dadurch erhöht sich bei der Titration der Permanganatverbrauch, und man bekommt also zu hohe Zahlen, für die erforderlichenfalls Korrekturen durch weitere Bestimmungen anzubringen sind.

Das erhaltene FeO wird durch Multiplikation mit 1,1113 auf Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> umgerechnet und von der früher (S. 19 bzw. 26) gefundenen Gesamtmenge Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in Abzug gebracht.

Zur Berechnung diene folgendes Beispiel: Titer der Permanganatlösung<sup>1</sup>: 1 ccm = 0,005588 g Fe = 0,007188 g FeO = 0,007988 g Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

<sup>1</sup> Zur Herstellung der Permanganatlösung werden 3,5 g auf der Trierwage abgewogene und gepulverte KMnO<sub>4</sub>-Kristalle in etwa 500 ccm Wasser gelöst; nach dem Absitzen über Nacht gießt man von dem Bodensatz in einen Literzylinder ab und füllt zur Marke auf. Die Lösung muß zum Schutz gegen Zersetzung im Dunkeln aufbewahrt werden. Zur Ermittlung ihres Titers wiegt man auf einem genau tarirten Uhrglas 3,5083 g Mohrsches Salz FeSO<sub>4</sub>·(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·6 H<sub>2</sub>O, dessen Molekulargewicht (392,23) fast genau 7 mal dem Atomgewicht des Eisens (55,88) entspricht, ab, bringt dasselbe mittels eines Trichters in ein 250 ccm Kölbchen, in welchem sich etwas verdünnte Schwefelsäure befindet, spült Uhrglas und Trichter mit Wasser nach, löst alles, füllt dann erst zur Marke auf und schüttelt gut durch. (Die Lösung ist nicht haltbar.)

Zur Titerbestimmung werden je 50 ccm (<sup>1</sup>/<sub>5</sub> der ganzen Lösung = 0,1 g Fe) oder auch nur 25 ccm herauspipettiert, in ein Becherglas gegeben, mit verdünnter Schwefelsäure gut angesäuert und mit der KMnO<sub>4</sub>-Lösung bis auf Rosafärbung titriert; dieser Versuch ist zu wiederholen bis übereinstimmende Resultate erhalten sind. Wurden im Durchschnitt auf 50 ccm FeO-Salzlösung 17,9 ccm der Permanganatlösung verbraucht, so entspricht 1 ccm davon = 0,005588 g Fe.

Zur Titration verbraucht 7,4 ccm, Gehalt an

$$\text{FeO} = \frac{7,4 \cdot 0,007188}{\text{angw. Subst.}}$$

entsprechend

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{7,4 \cdot 0,007988}{\text{angw. Subst.}}$$

#### Eisenoxydulbestimmung nach Cooke und Pebal-Dölter.

Weit rascher als nach Mitscherlich und vollständiger gelingt die Aufschließung nach Cooke und Pebal-Dölter mit Flußsäure und Schwefelsäure.

In einen geräumigen Platintiegel gibt man etwa 1 g der besonders fein gepulverten Substanz, verrührt dieselbe mittelst eines Platinspatels mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure (1:4) und fügt etwa 20 bis 30 ccm chemisch reine Flußsäure<sup>1</sup> hinzu. Sobald dies geschehen, setzt man den Tiegel auf ein kleines zum Sieden erhitztes Wasserbad, stülpt darüber eine Flasche, deren Boden abgesprengt ist, und läßt durch den Hals derselben einen lebhaften Kohlensäurestrom einfließen oder leitet nach Pratt<sup>2</sup> durch einen durchlöcherten Platindeckel Kohlensäure in den Tiegel. Nach etwa 5 bis 10 Minuten lüftet man die Flasche bzw. den Deckel, rührt, um ein Festkleben der Substanz an den Tiegelwandungen zu verhindern, den Inhalt des Tiegels

<sup>1</sup> Die Flußsäure muß frei von reduzierenden Substanzen sein; Prüfung der verdünnten Säure in einer Platinschale durch Zusatz von einem Tropfen Permanganatlösung, welcher nicht entfärbt werden darf.

<sup>2</sup> Am. Journ. Sc. 3d ser. Vol. XLVIII, 149 (1894).

gut um,<sup>1</sup> und setzt das Erhitzen je nach der mehr oder minder leichten Zersetzlichkeit des Gesteins noch eine viertel bis eine halbe Stunde fort. Nach dem Erkalten, — man kann dies beschleunigen, wenn man das heiße Wasser des Wasserbades durch kaltes mittelst eines seitlich angebrachten Ein- bzw. Ablaufrohrs verdrängt — gibt man den Inhalt, wie schon oben beschrieben, in eine große Platinschale, welche mit Schwefelsäure stark angesäuertes ausgekochtes Wasser enthält, und titriert unter Umrühren bis eben Rotfärbung eintritt, welche einige Sekunden anhält. Die Farbe verschwindet jedoch bald wieder und es können einige Kubikzentimeter Permanganatlösung zugesetzt werden, bis die Färbung dauernd bleibt; die so erhaltenen Zahlen sind aber zu hoch, und es ist nur die zuerst gefundene die richtige. Das erhaltene Oxydul wird durch Multiplikation mit 1,1113 auf Oxyd umgerechnet und von den früher (S. 19 bzw. 26) ermittelten  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  abgezogen.

Die auf diese Weise gewonnenen Zahlen sind ebenfalls nicht vollständig genau. Zwar werden alle Gesteine von Fluß-Schwefelsäure völlig aufgeschlossen, allein Vanadin erhöht in gleicher Weise wie nach der Mitscherlichschen Methode den FeO-Gehalt. Die Gegenwart von Pyrit dagegen stört nicht, da dieser

---

<sup>1</sup> Da die giftigen Flußsäuredämpfe leicht dabei unter die Fingernägel dringen und dort schmerzhaft Entzündungen herbeiführen können, benutze man Überzüge von Gummi über die Fingerspitzen oder Gummihandschuhe.

durch die Säure bei Luftabschluß nicht angegriffen wird. Lösliche Schwefelverbindungen erhöhen jedoch ebenso wie bei Mitscherlich ev. in doppelter Weise den FeO-Gehalt. Zwar dürfte in der Hitze die geringe Menge  $H_2S$ , ohne zu reduzieren, weggehen, allein das in Lösung gegangene Eisen des Sulfides muß bei größerem Gehalt daran durch Bestimmung des beim Kochen des Gesteins mit Salzsäure im Kohlensäurestrom entwickelten Schwefelwasserstoffs ermittelt und, auf FeO umgerechnet, von der gefundenen Gesamtmenge in Abzug gebracht werden.

#### Phosphorsäure.

In den Silicatgesteinen ist Phosphorsäure nur in geringen Mengen, gewöhnlich als Apatit,  $3(Ca_3P_2O_8) + CaClF$ , vorhanden. Eine Bestimmung derselben in einer besonderen Portion ist nicht nötig, da der Gehalt bei der Tonerde (S. 29) mit voller Sicherheit und großer Einfachheit durch Ausziehen mit Salpetersäure ermittelt werden kann.

#### Schwefel.

Der Schwefel findet sich in verschiedenen Bindungen in den gesteinsbildenden Mineralien: als Sulfat oder als Sulfid.

#### Bestimmung des Schwefels in Sulfate enthaltenden Gesteinen.

Sind nur Sulfate zugegen, so kocht man das Gesteinspulver (1 bis 2 g) einfach mit mäßig starker Salz-