



UNIVERSITÄTS-  
BIBLIOTHEK  
PADERBORN

## **Anleitung zur Gesteinsanalyse**

**Dittrich, Max**

**Leipzig, 1905**

Kontrollbestimmungen.

---

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

### Kontrollbestimmungen.

Vielfach hat man den Wunsch, die eine oder die andere Bestimmung zu kontrollieren, ohne dabei die ganze Analyse wiederholen zu müssen; es kann ferner auch selbst beim sorgfältigsten Arbeiten vorkommen, daß bei Ausführung einer Analyse Unglücksfälle eintreten, daß z. B. ein Tiegel mit Niederschlag umfällt, daß ein Becherglas oder ein Porzellantiegel springt usw. Da würde es sehr zeitraubend sein, besonders wenn die meisten Bestimmungen schon ausgeführt sind, die Analyse von vorn anfangen und alle Bestimmungen von neuem machen zu müssen. Es seien deshalb hier einige kurze Ratschläge gegeben, wie man sich in solchen Fällen helfen kann.

Bei der Kieselsäurebestimmung bleibt nichts anderes übrig, als mit dem Aufschluß wieder zu beginnen; ebenso ist es mit der Alkalibestimmung nach Laurence Smith; in allen anderen Fällen ist dies nicht nötig. Da gibt der Aufschluß nach Berzelius mittelst Fluß- und Schwefelsäure oft ein Mittel an die Hand, manche Bestimmungen in bequemerer Weise wiederholen zu können.

In dem durch Ammoniak in der salzsauren Lösung des Abdampfrückstandes erhaltenen Niederschlage trennt man nach zweimaliger Fällung, genau so, wie oben beim Sodaaufschluß beschrieben, Eisen, Titansäure, Mangan, Tonerde und Phosphorsäure, und ebenso fällt man in den vereinigten Filtraten den Kalk durch

Ammoniumoxalat und die Magnesia durch Natriumphosphat.

Handelt es sich nur um einzelne Bestimmungen, z. B. um die Titansäure, so dampft man hier zur vollständigen Entfernung der Flußsäure den Rückstand vom Fluß-Schwefelsäureaufschluß nochmals mit einigen Kubikzentimetern Schwefelsäure ab und bringt den jetzt hinterbleibenden Rückstand mit kalter verdünnter Schwefelsäure in Lösung oder schmilzt ihn, wenn dies nicht möglich sein sollte, mit Kaliumhydrosulfat, wie oben angegeben, und löst die Schmelze in kaltem Wasser. Die erhaltene Lösung kann direkt zur kolorimetrischen Bestimmung der Titansäure (S. 20 u. f.) verwendet werden, nachdem sie mit Schwefelsäure genügend angesäuert, mit Wasserstoff-superoxyd oxydiert und auf ein bestimmtes Volumen aufgefüllt ist.

Will man nur das Gesamteisen bestimmen, so löst man den Abdampfrückstand vom Fluß-Schwefelsäureaufschluß ebenfalls in verdünnter Schwefelsäure, leitet in der Kälte in die verdünnte Lösung Schwefelwasserstoffgas bis zur Sättigung ein und filtriert in einen mit Kohlensäure gefüllten größeren Kolben. Diesen erhitzt man unter weiterem Einleiten von  $\text{CO}_2$ , bis aller Schwefelwasserstoff verjagt ist, und läßt ihn im Kohlensäurestrom erkalten. Nach reichlichem Zusatz von verdünnter Schwefelsäure titriert man sofort in der erkalteten Flüssigkeit das Eisen durch eingestellte Permanganatlösung, genau wie Seite 72 u. f. angegeben ist. Von dem so gefundenen Werte ist die durch besondere Bestimmung