



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Anleitung zur Gesteinsanalyse

Dittrich, Max

Leipzig, 1905

Kieselsäure.

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

Uhrglas beiseite, faßt den noch glühend heißen Tiegel mit einer am besten mit Platinspitzen versehenen Zange, verteilt die Schmelze durch drehende Bewegung auf die Tiegelwandungen und setzt, sowie die Masse zu erstarren beginnt, den Tiegel so in ein in kaltem Wasser stehendes Tondreieck, daß nur der untere Teil des Tiegels in das Wasser taucht. Auf diese Weise lockert sich die Schmelze etwas von den Tiegelwandungen und läßt sich durch vorsichtiges Klopfen und Drücken ziemlich vollständig herausbringen; vorteilhaft ist es auch, die Schmelze mit wenig Wasser im Tiegel anzufeuchten, sie läßt sich dann besser mit dem Spatel zerkleinern. Die Schmelze gibt man in ein geräumiges Becherglas; der noch im Tiegel und am Deckel hängende Rest wird mit heißem Wasser und wenig verdünnter Salzsäure gelöst und ebenfalls in das Becherglas gebracht.

Kieselsäure.

Abscheidung
der
Kieselsäure

Zur Abscheidung der Kieselsäure und Lösung der Basen fügt man zu der in dem Becherglase befindlichen Schmelze, unter Bedecken mit einem Uhrglase, ca. 60 ccm konz. reine Salzsäure hinzu und erwärmt unter öfterem Umrühren mit einem Glasstab, bis keine harten Teilchen mehr bemerkbar sind. Auf diese Weise lösen sich sämtliche Basen, während die Kieselsäure sich teils flockig abscheidet, teils aber noch in Lösung bleibt. Bei Gegenwart von Mangan ist die Schmelze vielfach grün, die Lösung rosa gefärbt; man

erwärmt dann so lange, bis die Rosafärbung verschwindet, und fügt eventuell zur Reduktion des gebildeten Permanganates einige Tropfen Alkohol hinzu.

Um die Kieselsäure unlöslich zu machen, spült man den Inhalt des Becherglases, nachdem die Kohlensäure vertrieben ist, in eine größere Platinschale oder weniger gut in eine Berliner Porzellanhenkelschale und bringt zuletzt unter Umrühren mittelst eines Platinspatels und Zerkleinern der gröberer Teilchen alles zur Trockne, bis die Masse nur noch schwach gelblich gefärbt und ein Geruch nach Salzsäure nicht mehr wahrzunehmen ist. So läßt man die Schale noch etwa eine Stunde auf dem kochenden Wasserbade stehen und durchfeuchtet nach dem Erkalten den Inhalt mit ungefähr 10 ccm konz. Salzsäure, läßt jedoch ohne zu erwärmen wieder 15 Minuten zur Lösung der gebildeten basischen Chloride stehen, fügt ca. 100 ccm heißes Wasser hinzu und erwärmt schließlich noch $\frac{1}{4}$ Stunde unter mehrmaligem Umrühren auf dem Wasserbade. Nun erst kann die ungelöst zurückbleibende amorphe Kieselsäure abfiltriert werden. Am besten geschieht dies, indem man sie nach dem Absitzen durch mehrmaliges Dekantieren mit heißem Wasser, anfänglich unter Zusatz von etwas verdünnter Salzsäure, von dem größten Teile der anhängenden Salzlösung befreit, hierauf selbst auf das Filter bringt und mit heißem Wasser sorgfältig auswäscht, bis eine Probe des ablaufenden Wassers mit Rhodan-Kalium keine Eisen- oder mit Silbernitrat keine Chlorreaktion mehr gibt. Das Filtrat

wird dann von neuem in derselben Platinschale zur Trockne eingedampft und in gleicher Weise behandelt. Nur bei Gegenwart von viel Magnesium ist es hier vor der Salzsäurezugabe vorteilhaft, die Schale mit Inhalt eine Viertelstunde im Trockenschrank auf $110-120^{\circ}$ ¹ zu erhitzen, um die Kieselsäure vollständig unlöslich zu machen. Beim Aufnehmen mit Salzsäure und Wasser hinterbleiben noch geringe Mengen von Kieselsäure, welche aber infolge von Beimengungen meist viel dunkler gefärbt sind, als die zuerst abgeschiedenen Anteile. Nach dem Abfiltrieren und gutem Auswaschen werden beide Filter mit der Kieselsäure in einem größeren gewogenen Platintiegel naß verascht, erst über dem Bunsenbrenner und schließlich mindestens 5 Minuten vor dem Gebläse geglüht; nur so ist es möglich, sämtliches Wasser der Kieselsäure zu entziehen.

Die auf diese Weise erhaltene Kieselsäure ist nie vollständig rein, sie enthält gewöhnlich Titansäure, falls solche im Gestein vorhanden, und etwas Tonerde und Eisenoxyd. Wenn das Gewicht nach nochmaligem Glühen konstant geworden ist, durchfeuchtet man den Tiegelinhalt mit ca. 10—15 Tropfen verdünnter Schwefelsäure, fügt etwa 5—10 ccm reine Flußsäure hinzu und verdampft alles im Flußsäureabzug anfangs mit kleiner Flamme, indem man den Tiegel auf eine dicke Asbestpappe stellt, bis keine Schwefelsäuredämpfe mehr entweichen. Den hinterbleibenden, meist durch Eisen etwas

¹ Nicht höher, weil sich sonst ein durch Salzsäure leicht zersetzbares Magnesiumsilikat bilden würde.

rötlich gefärbten Rückstand¹ erhitzt man unter Zusatz von einem Körnchen kohlen-sauren Ammoniums — zur möglichst vollständigen Entfernung der Schwefelsäure — mit dem Bunsenbrenner anfangs gelinde und schließlich ziemlich stark. Das Gewicht des Rückstandes muß natürlich von dem der anfänglich gefundenen Kieselsäure in Abzug gebracht werden. Die Differenz ist reine Kieselsäure.

**Eisen, Aluminium, Titan, Zirkon, Mangan, Phosphorsäure
(Ammoniakfällung).**

Die Filtrate von der Kieselsäure werden auf ungefähr 200 ccm eingedampft, in einem großen Becherglase zum Kochen erhitzt, vom Feuer hinweggenommen, mit ca. 10 ccm konz. Chlorammoniumlösung² und 5 bis 10 ccm reinem 3%igen Wasserstoffsperoxyd³ versetzt und mit kohlen-säurefreiem Ammoniak in geringem Überschuß gefällt.

Fällung von
 Fe_2O_3 , Al_2O_3
usw. durch
Ammoniak

Um zu prüfen, ob Ammoniak im Überschuß vorhanden ist, darf die über der Flüssigkeit stehende Luft nur durch Fächeln mit der Hand, nicht durch Blasen mit dem Munde, entfernt werden, weil letzteres, d. h.

¹ Hat der Rückstand ein milchigweißes Aussehen, so ist dies ein charakteristisches Zeichen der Anwesenheit größerer Mengen von Phosphaten, Titansäure und Zirkonerde.

² Um Magnesium möglichst in Lösung zu halten.

³ Zur vollständigen Oxydation des Eisens und gleichzeitigen Abscheidung des Mangans. Vergl. hierzu Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft 35, 4072—73 (1902).