



Anleitung zur Gesteinsanalyse

Dittrich, Max

Leipzig, 1905

b) Aufschluß mit Fluß- und Schwefelsäure.

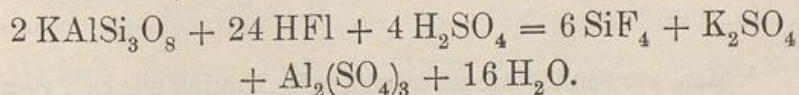
[urn:nbn:de:hbz:466:1-78313](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:hbz:466:1-78313)

es durch Zusatz von etwas Ammoniumoxalat auf Calcium bzw. Natriumphosphat und Ammoniak auf Magnesium zu prüfen, und ein eventuell entstehender Niederschlag abzufiltrieren und, auf Sulfat berechnet, von dem Gewicht des Natriumsulfates in Abzug zu bringen. In den allermeisten Fällen erweist sich jedoch das Natriumsulfat als vollkommen rein.

b) Aufschluß mit Fluß- und Schwefelsäure nach Berzelius.

Obwohl die Bestimmung der Alkalien in den Gesteinen nach Lawrence Smith sehr bequem ausführbar ist und allermeist zu recht guten Resultaten führt, sei auch hier noch der Aufschluß nach Berzelius mittelst Fluß- und Schwefelsäure angeführt, welcher manchmal auch in Anwendung kommen kann, wenn man Kontrollbestimmungen (Seite 82) ausführen will, ohne dabei erst die umständliche Abscheidung der Kieselsäure nötig zu haben.

Durch Erwärmen mit Fluß- und Schwefelsäure wird ein kieselsäurehaltiges Mineral oder Gestein in der Weise zersetzt, daß sich flüchtiges Fluorsilicium bildet, während alle anderen Bestandteile als Sulfate hinterbleiben; z. B. zerfällt Orthoklas in folgender Weise:



Zur Ausführung des Aufschlusses durchtränkt man etwa 1 g der feingepulverten Substanz in einer geräumigen Platinschale vorsichtig mit 25 bis 30 ccm Wasser,

ohne daß dabei ein Stauben des Pulvers eintreten darf; hierauf fügt man 40 bis 50 Tropfen = 2 bis 3 ccm konz. reine Schwefelsäure und etwa 50 ccm chemisch reine (rückstandslos verdampfende) Flußsäure hinzu und rührt alles mit einem Platinspatel oder auch starkem Draht gut durch. Sodann verdampft man auf dem Wasserbade im Flußsäureabzuge die Flüssigkeit, fügt nochmals etwas Flußsäure hinzu, verdampft wieder und verjagt hierauf auf dem Luftbade¹ die überschüssige Schwefelsäure. Nachdem so die gesamte Kieselsäure entfernt ist, nimmt man den Rückstand nach dem Erkalten mit etwa 20 ccm konz. Salzsäure und 100 bis 150 g heißem Wasser auf und erwärmt die Schale unter Umrühren auf dem Wasserbade, bis alles in Lösung gegangen ist. Wenn hier noch geringe Mengen ungelöst geblieben sind, so müssen diese abfiltriert, ausgewaschen und verascht werden. Etwa vorhandener Graphit gibt sich durch seine auch nach dem Glühen unveränderte schwarze Farbe zu erkennen, Spinelle, Pyrite usw., welche durch Fluß- und Schwefelsäure ebenfalls nicht angreifbar sind, werden beim Glühen zerlegt und hinterlassen Eisenoxyd.

Zur Isolierung der Alkalien kann man zwei Wege einschlagen, entweder man fällt, wie später bei dem Borsäureaufschluß (Seite 50 und folgende) angegeben,

¹ Man verwendet hierzu vorteilhaft, ähnlich wie es Treadwell (Quant. Analyse II. Auflage S. 25) angibt, ein mit eingepreßtem Asbest versehenes, halbkugelig vertieftes Drahtnetz, auf welches man eine Asbestpappe legt, in deren Mitte eine der Schalengröße entsprechende Öffnung geschnitten ist.

Eisen, Tonerde usw. durch Ammoniak, den Kalk durch Ammoniumoxalat, das Magnesium nach Verjagen der Ammoniumsalze durch Abdampfen mit Quecksilberoxyd, nachdem vor der Magnesiaabscheidung die Sulfate in Chloride umgewandelt wurden; oder man fällt nach Bunsen die Schwefelsäure durch Bariumchlorid und die sämtlichen Basen, mit Ausnahme der Alkalien, durch Barythydrat, so daß sich in dem von überschüssig zugesetzten Baryum befreiten Filtrat nur noch die Alkalien als Chloride befinden. Die letztere Methode führt zwar rascher zum Ziele, gestattet aber nicht Kontrollbestimmungen von Fe, Al, Ca oder Mg usw. auszuführen.

Hat man im ersten Falle nach Ausfällung von Eisen, Tonerde usw. durch Ammoniak und von Kalk durch Ammoniumoxalat die Filtrate eingedampft und die Ammoniumsalze vertrieben, so nimmt man den meist grau gefärbten Rückstand mit heißem Wasser und einigen Tropfen Essigsäure auf, gibt die Lösung ohne zu Filtrieren in ein mittelgroßes Becherglas, erhitzt die Flüssigkeit zum Kochen und fällt durch Zusatz der gerade ausreichenden Menge einer ebenfalls heißen Lösung von essigsaurem Blei die Schwefelsäure als Bleisulfat aus. Nachdem man das Becherglas vom Feuer entfernt hat, fügt man zu vollständiger Abscheidung des Bleisulfates das gleiche Volumen starken Alkohols hinzu, läßt absitzen und prüft durch einen Tropfen Bleiacetat, ob die Fällung vollständig war. Wenn dies der Fall ist, läßt man den Niederschlag mindestens sechs Stunden stehen, filtriert ihn ab, wäscht

ihn einige Male mit verdünnten (50%igen) Alkohol aus und gibt ihn dann fort. In dem Filtrate muß zunächst der Alkohol durch vorsichtiges Eindampfen (im Becherglas, nicht in einer Schale) auf dem Wasserbade verjagt werden. Ist dies geschehen, so erhitzt man die Flüssigkeit zum Sieden und leitet darein zur Ausfällung des vorher überschüssig zugesetzten Bleiacetates Schwefelwasserstoff im raschen Strome so lange ein, bis sich das gebildete Schwefelblei zu Boden absetzt und die darüberstehende Flüssigkeit klar erscheint, ein Zeichen, daß alles ausgefällt ist. Den Niederschlag filtriert man sogleich ab, wäscht ihn mit H_2S -haltigem Wasser gut aus und dampft das Filtrat zur Überführung in Chloride unter Zusatz von 10 ccm konz. Salzsäure in einer Platinschale auf dem Wasserbade zur Trockne. Der Abdampfrückstand besteht jetzt aus den Chloriden von Magnesium, Kalium und Natrium. Die Weiterbehandlung, Abscheidung der Magnesia durch Quecksilberoxyd und Trennung der Alkalien, erfolgt nun genau, so wie unten, Seite 50, beim Borsäureaufschluß angegeben.

Will man nur die Alkalien bestimmen, nicht auch gleichzeitig Kontrollbestimmungen ausführen, so kommt man rascher und ebenso genau zum Ziele, wenn man nach Bunsens Angaben verfährt. Den beim Fluß-Schwefelsäureaufschluß erhaltenen Rückstand nimmt man nach Verjagen der beiden Säuren mit Salzsäure und heißem Wasser auf, erhitzt die Flüssigkeit in der benutzten Platinschale zum Sieden und fällt durch

wenig überschüssiges Chlorbaryum die Schwefelsäure aus. Man dampft nun, ohne zu filtrieren, die Flüssigkeit mit dem Niederschlage zur Trockne, nimmt mit wenig heißem Wasser wieder auf und fällt durch Zusatz von so viel reinem, alkalifreien¹ Barytwasser die Erden und die alkalischen Erden aus, bis die überstehende Flüssigkeit alkalisch reagiert und sich auf ihr ein Häutchen von Baryumkarbonat bildet. Um auch die Magnesia vollständig abzuscheiden, muß alles zur Trockne gebracht werden. Jetzt erst kann, nachdem der Rückstand mit Wasser aufgerührt war, von dem Ungelösten abfiltriert werden. Das Filtrat, welches außer überschüssigem Barythydrat nur noch die Alkalien enthält, wird erwärmt, mit Ammoniak und kohlen-saurem Ammonium versetzt, bis kein weiterer Niederschlag von BaCO_3 entsteht. Nach halbstündigem Erwärmen wird filtriert, gut ausgewaschen und das Filtrat am besten in einer großen Platinschale zur Trockne gebracht, wobei der größte Teil der Ammoniumsalze verdampft; die letzten Reste endlich werden durch gelindes Erhitzen verjagt. Der verbleibende Rückstand wird mit Wasser aufgenommen, abfiltriert, das Filtrat mit wenig Ammoniak und Ammoniumkarbonat einige Zeit erwärmt und von den ausfallenden geringen Mengen Baryumkarbonat durch Filtrieren getrennt. Diese letzte Operation (Eindampfen

¹ Einige Gramm Baryumhydroxyd in Wasser gelöst, werden in der Hitze mit überschüssiger Schwefelsäure gefällt; nach Verdampfen des Filtrates und nach Verjagen der Schwefelsäure darf kein Rückstand hinterbleiben.

des Filtrates, Verjagen der Ammoniumsalze, Erwärmen mit Ammoniak und Ammoniumkarbonat, Abfiltrieren des Niederschlages) ist mehrere Male zu wiederholen, bis kein Niederschlag mehr entsteht. Wenn dies der Fall ist, wird das Filtrat in gewogener kleiner Platinschale, unter Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure zur Verwandlung gebildeter Alkalikarbonate in Chloride, verdampft, schwach geglüht und gewogen. So erhält man das Gewicht der Alkalien als Chloride. Die Trennung erfolgt durch Platinchlorid in der üblichen Weise, wie auf Seite 40 u. f. beschrieben.

Aufschluß mit Borsäure nach Jannasch.

In den letzten Jahren sind von P. Jannasch¹ einige neue Methoden der Aufschließung von Silikaten durch Bleikarbonat bzw. Bleioxyd sowie durch Borsäureanhydrid ausgearbeitet worden, welche sich dadurch von der eben beschriebenen auszeichnen, daß man mittelst eines Aufschlusses die Kieselsäure und sämtliche Basen, auch die Alkalien bestimmen kann. Da die Ausführung der Bleioxydmethode nicht gerade leicht ist, sei hier nur die wesentlich einfachere und ohne besondere Schwierigkeit ausführbare Borsäuremethode beschrieben.

Die meisten kieselsäurehaltigen Mineralien oder Gesteine lösen sich beim Erhitzen mit Borsäure darin

¹ P. Jannasch, Praktischer Leitfaden der Gewichtsanalyse. II. Aufl. S. 299 ff. u. 342.