



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Anleitung zur Gesteinsanalyse

Dittrich, Max

Leipzig, 1905

β) bei Anwesenheit von Zirkon.

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

den 10 ccm der ursprünglichen sowohl wie in den 25 ccm der durch die 15 ccm Wasser verdünnten Vergleichslösung sind 1 mg TiO_2 enthalten, folglich in den 250 ccm der zu untersuchenden Lösung $10 \times 1 \text{ mg} = 10 \text{ mg TiO}_2$, das ist bei Anwendung von 1 g Gesteinspulver 1% TiO_2 .

Nach Beendigung der Bestimmung gibt man den Inhalt des Maßkolbens und des Kolorimeterzylinders in ein größeres Jenenser Becherglas, stumpft die reichliche Säuremenge mit Ammoniak ab, fügt zu der noch schwachsauren Flüssigkeit etwa 20 bis 40 ccm filtrierte 10% ige Ammoniumpersulfatlösung hinzu und erwärmt das Ganze mehrere Stunden auf dem Wasserbade. Das Mangan sich dadurch allmählich abscheidende Mangan enthält neben Eisen auch etwas Titansäure und ist wie S. 18 beschrieben, zu reinigen und zu bestimmen. Für die Eisen Ermittlung des Eisengehaltes genügt es, das Eisen durch Differenz aus dem Gesamtgewicht von Fe_2O_3 , TiO_2 und Mn_3O_4 zu berechnen; eine direkte Bestimmung wäre gewichtsanalytisch umständlich auszuführen, bequemer wäre die Titration durch Permanganat nach Reduktion der Lösung durch Schwefelwasserstoff, wie es später S. 83 beschrieben.

Trennung
von Titan
Eisen und
Mangan bei
Anwesenheit
von Zirkon

Bei Gegenwart von Zirkon neben Titan muß ein anderer Weg zur Trennung beider von Eisen und Mangan eingeschlagen werden: Man scheidet aus der Lösung der Kaliumhydrosulfatschmelze Eisen und Mangan durch Schwefelammonium bei Gegenwart von Weinsäure als Sulfide ab, während Titan und Zirkon in Lösung bleiben und nach Zerstörung der Weinsäure bestimmt werden.

Zu diesem Zweck leitet man in die, wie oben erhaltene, saure Lösung der Schmelze bis zur Sättigung Schwefelwasserstoffgas ein, filtriert, wenn sich der meist dunkelbraun gefärbte Schwefel abgesetzt hat, von diesem in einen entsprechend großen Kolben ab und wäscht das Filter mit kaltem Wasser aus. Das Filtrat versetzt man mit einer etwa dem dreifachen Gewicht der Oxyde entsprechenden Menge Weinsäure und macht sodann die ganze Flüssigkeit mit Ammoniak eben alkalisch; Eisen und Mangan scheiden sich dadurch als Sulfide ab, welche sich rasch zu Boden setzen. Zur Prüfung, ob alles ausgefällt ist, fügt man vorsichtig, ohne den schwarzen Niederschlag aufzurühren, einige Tropfen farblosen Schwefelammoniums hinzu, füllt, wenn keine weitere Fällung mehr entsteht, den Kolben bis an den Hals mit Wasser an und läßt ihn leicht verkorkt stehen; im andern Falle ist die Fällung durch Zugabe weiterer Mengen des gleichen Schwefelammoniums erst vollständig zu machen. Schon nach einer halben Stunde kann man den Niederschlag filtrieren; man gibt zunächst die über demselben stehende, meist grüngelblich gefärbte Flüssigkeit auf ein großes Filter, bringt schließlich auch den Niederschlag selbst darauf und wäscht ihn mit kaltem schwefelammoniumhaltigem Wasser gut aus.

Eisen und
Mangan

Unter Bedecken des Trichters mit einem Uhrglas löst man ihn sodann direkt auf dem Filter in verdünnter warmer Salzsäure, wäscht gut nach, oxydiert das erhaltene Eisenchlorür durch Bromwasser oder am

angenehmsten durch Wasserstoffsuperoxyd und fällt das Filtrat durch Ammoniak im Überschuß. Den unter Zugabe eines durch Schütteln mit Wasser zerkleinerten Filters gut ausgewaschenen Niederschlag verascht man naß und glüht ihn anhaltend bis zur Gewichtskonstanz vor dem Bunsenbrenner.

Zur Prüfung und Bestimmung des darin enthaltenen Mangans schmilzt man das geglühte feinpulvrige Eisenoxyd, wie oben beschrieben, mit Kaliumhydrosulfat, löst die Schmelze in heißem Wasser und erwärmt die auf etwa 200 bis 300 ccm verdünnte Lösung unter Zugabe von 20 bis 30 ccm 10⁰/₀iger filtrierter Ammoniumpersulfatlösung auf dem Wasserbade. Dadurch scheidet sich, manchmal erst nach einigen Stunden Stehens, alles Mangan, zwar noch eisenhaltig, aus; dasselbe wird wie oben Seite 18 angegeben, von dem mitgerissenen Eisen getrennt und für sich bestimmt. Die hierbei erhaltene geringe Menge Eisenhydroxyd vereinigt man mit dem aus dem eingedampften Hauptfiltrat vom Mangan durch Ammoniak gefällten und führt durch Glühen alles in Fe₂O₃ über. — Schied sich dagegen kein Mangan ab, so bestand der ganze Glührückstand aus Eisenoxyd.

Titan und
Zirkon

Das schwefelammoniumhaltige Filtrat, in welchem noch Zirkon und auch Titan vorhanden sind, wird in einer Platinschale stark eingedampft. Zur leichteren Zerstörung der Weinsäure, als wie es durch Glühen allein möglich ist, gibt man zu dem erhaltenen Rückstand nach schwachem Ansäuern mit verdünnter Schwefelsäure unter Bedecken mit Uhrglas in mehreren

Portionen eine konzentrierte Lösung von einigen Gramm Kaliumpersulfat,¹ erwärmt nach dem letzten Zugeben noch einige Zeit mit Uhrglas bedeckt auf dem Wasserbade weiter und dampft dann ein. Wenn alles trocken geworden ist, erhitzt man die Schale unter Umrühren erst auf dem Asbestdrahtnetz ganz allmählich, sodann auf freier Flamme, anfangs mittelst eines Pilzbrenners, schließlich stärker, bis die meiste Schwefelsäure verjagt ist. Nach dem Abkühlen löst man die erstarrte Masse in kaltem Wasser, filtriert von etwa noch unverbrannten Kohleteilchen ab, fällt das zum Sieden erhitzte Filtrat durch überschüssiges Ammoniak aus und bestimmt das Gewicht des erhaltenen Niederschlags² durch Glühen im Platintiegel.

Der Rückstand besteht aus einem Gemenge von Titansäure und Zirkonerde. Bei den kleinen Mengen Zirkon, wie sie gewöhnlich in Gesteinen vorhanden sind, versagen die Trennungsmethoden für Titan und Zirkon; es empfiehlt sich deshalb, letzteres indirekt aus der Differenz zu bestimmen, nachdem man den Titangehalt auf kolorimetrischem Wege ermittelt hat. Zu diesem Zwecke schmilzt man den erhaltenen Glührückstand, wie oben Seite 15 u. f. beschrieben, mit Kaliumhydrosulfat, bis alles in Lösung gegangen ist, löst die Schmelze in

¹ Ammoniumpersulfat ruft beim späteren Verjagen der Ammoniumsals zu starkes Schäumen hervor.

² Der Niederschlag muß des Alkalisulfates wegen sehr gut ausgewaschen oder besser nochmals in Salzsäure gelöst und wieder durch Ammoniak gefällt werden.