



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Anleitung zur Gesteinsanalyse

Dittrich, Max

Leipzig, 1905

1. Titan, Bestimmung durch Ausfällung

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

sichtigen ist; doch empfiehlt sich eine Prüfung durch Abdampfen mit einigen Tropfen Fluß- und einem Tropfen Schwefelsäure. Ein gefärbter Rückstand dagegen muß nach dem Trocknen noch einmal im Platintiegel mit Kaliumhydrosulfat verschmolzen und in gleicher Weise weiter behandelt werden.

In der erhaltenen Lösung läßt sich Titansäure durch Kochen quantitativ als TiO_2 ausfällen, oder auch kolorimetrisch bestimmen.

Im ersteren Falle ist es nötig, um ein Mitfallen des Eisens zu verhindern, dieses durch Schwefelwasserstoff zu reduzieren und die Fällung im Kohlensäurestrom vorzunehmen; im Filtrat von der Titansäure befinden sich dann noch Eisen und Mangan.

Man leitet deshalb in die verdünnte schwachsaure und, wenn erforderlich, durch etwas Natriumkarbonatlösung beinahe neutralisierte Lösung der Schmelze in der Kälte Schwefelwasserstoffgas bis zur Sättigung ein, filtriert nach dem Absitzen des ausgeschiedenen Schwefels von diesem in einen kurzhalsigen 1 Literkolben von Jenenser Glas ab und erhitzt die Flüssigkeit unter Einleiten von Kohlensäure langsam zum Kochen. Bei Gegenwart von Titansäure scheidet sich diese allmählich in Form eines weißen Pulvers aus. Um sie vollständig zur Abscheidung zu bringen, muß die Flüssigkeit noch $\frac{1}{2}$ Stunde unter Erneuern des verdampfenden Wassers im Sieden erhalten und sofort durch ein doppeltes Filter filtriert werden; ist das Filtrat anfangs trübe, so gibt man die bereits durchgelaufene Flüssigkeit nochmals

auf das Filter. Die so abgeschiedene Titansäure wird mit heißem schwefelwasserstoffhaltigem Wasser gut ausgewaschen, naß verascht, geglüht und als TiO_2 gewogen.¹ — An den Kolbenwandungen bleiben gewöhnlich noch sehr geringe Mengen Titansäure äußerst fest haften, welche durch Zusatz von heißem Wasser und etwas reiner Natronlauge abgelöst, nach dem Ansäuern mit Essigsäure abfiltriert und ebenfalls bestimmt werden können. — Zur Prüfung, ob sämtliche TiO_2 ausgefällt war, muß das Filtrat nochmals zum Sieden erhitzt und eventuell sich noch abscheidende TiO_2 wie vorher behandelt werden.

Eisen und
Mangan

In dem Filtrat von der Titansäure befindet sich das ganze Eisen zusammen mit den meist geringen Mengen Mangan. Um letzteres abzuschneiden,² versetzt man das noch warme Filtrat mit etwas verdünnter Schwefelsäure und 20 bis 40 ccm einer 10%igen filtrierten Ammoniumpersulfatlösung und erwärmt unter mehrmaligem Umrühren einige Stunden auf dem schwach siedenden Wasserbade. Dadurch scheidet sich alles Mangan als Superoxydhydrat vollständig aus und kann nach dem Absitzen abfiltriert werden; das Filtrat enthält nur noch Eisen.

Das abgeschiedene Mangan ist jedoch nicht völlig

¹ Bei erheblichem Eisengehalt ist die geglühte Titansäure oft rötlich gefärbt, zur Reinigung muß sie dann nochmals mit Kaliumhydrosulfat geschmolzen und von neuem gefällt werden.

² Vergleiche hierzu: Berichte der Deutschen chemischen Gesellschaft 35, 4072—73 (1902).

rein, sondern stets etwas eisenhaltig; zur Trennung empfiehlt sich die Acetatmethode. Man löst den meist geringen Niederschlag auf dem Filter in wenig starker warmer Salzsäure, filtriert in ein ca. 200 ccm fassendes Becherglas und versetzt die Lösung in der Kälte so lange mit verdünnter reiner Sodalösung, bis eine bleibende Opaleszenz entsteht. Diese beseitigt man sodann durch wenig verdünnte Salzsäure, fügt etwa 1 bis 2 g Ammoniumacetat hinzu, verdünnt mit 50 bis 100 ccm siedend heißem Wasser, kocht einige Minuten auf, filtriert sofort ab und wäscht den Niederschlag von $\text{Fe}(\text{OH})_3$ mit heißem Wasser aus. Bei der meist geringen Menge ist eine Gefahr des Mitreißen von Mangan kaum zu befürchten, und eine nochmalige Lösung und Wiederfällung ist daher nicht erforderlich.

Aus dem Filtrat fällt man das Mangan durch längeres Erwärmen auf dem Wasserbade mit Ammoniak und Ammoniumpersulfatlösung als Mangandioxyd, wäscht es gut aus, verascht und glüht den Niederschlag bei Luftzutritt im Platin- oder auch Porzellantiegel und bringt ihn als Mn_3O_4 zur Wägung; für die Analyse rechnet man die gefundene Menge durch Multiplikation mit 0,9301 auf MnO um. Die Lösung des Glührückstandes in warmer Salzsäure darf mit Rhodankalium nur eine schwache Rotfärbung geben, sonst enthält das Mangan noch viel Eisen, und es muß die ganze Operation nochmals wiederholt werden.

In dem sauren Hauptfiltrate vom Mangan (S.18) wird das noch darin enthaltene Eisen nach entsprechendem

Eindampfen mittelst Ammoniak durch doppelte Fällung abgeschieden und mit dem oben bei der Trennung vom Mangan durch die Acetatmethode erhaltenen Eisenhydroxyd zusammen verascht, vor dem Bunsenbrenner geglüht und als Fe_2O_3 bestimmt. — Fast ebenso genau berechnet man auch den Eisengehalt aus der Summe von Eisen, Mangan und Titan durch Differenz.

b) Kolori-
metrische
Bestimmung
der Titans

Die kolorimetrische Bestimmung der Titansäure¹ beruht auf der mehr oder weniger starken orangegelben Färbung, welche Wasserstoffsperoxyd in einer sauren titansäurehaltigen Flüssigkeit infolge Bildung von TiO_2 hervorbringt.

Da die Intensität der Färbung proportional dem Titansäuregehalt ist, läßt sich dadurch das Titan kolorimetrisch bestimmen. Anwesenheit von Fluoriden, wie solche aus unreinem Wasserstoffsperoxyd herrühren können, beeinträchtigen schon in kleinen Mengen die Genauigkeit, ebenso müssen Chrom-, Vanadin- und Molybdänsäure abwesend sein, da diese gleichfalls mit Wasserstoffsperoxyd Färbungen geben. Eisen stört in geringen Mengen nicht, bei höherem Eisengehalt bringt man eine demselben entsprechende Korrektion bei der für Titansäure erhaltenen Zahl an. Die färbende Wirkung von 0,1 g Fe_2O_3 in 100 ccm 5% iger schwefelsaurer Lösung entspricht 0,2 mg TiO_2 ; bei 1 g Gestein würde die Korrektion bei 10% Fe_2O_3 nur 0,02% betragen, ein kaum in Betracht kommender Faktor.

¹ Nach A. Weller: Berichte der Deutschen chemischen Gesellschaft 15. 2592 (1882.)