



UNIVERSITÄTS-  
BIBLIOTHEK  
PADERBORN

## **Anleitung zur Gesteinsanalyse**

**Dittrich, Max**

**Leipzig, 1905**

2. Titan, kolorimetrische Bestimmung.

---

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

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  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  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 Titansäure<sup>1</sup> beruht auf der mehr oder weniger starken orangefarbenen Färbung, welche Wasserstoffsperoxyd in einer sauren titansäurehaltigen Flüssigkeit infolge Bildung von  $\text{TiO}_2$  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 Korrektur bei der für Titansäure erhaltenen Zahl an. Die färbende Wirkung von 0,1 g  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  in 100 ccm 5% iger schwefelsaurer Lösung entspricht 0,2 mg  $\text{TiO}_2$ ; bei 1 g Gestein würde die Korrektur bei 10%  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  nur 0,02% betragen, ein kaum in Betracht kommender Faktor.

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



Die zu untersuchende Lösung muß zur Vermeidung der Rückbildung von Metatitansäure, welche durch Wasserstoffsüperoxyd nicht gefärbt wird,<sup>1</sup> mindestens 5% Schwefelsäure enthalten.

Als Vergleichsflüssigkeit stellt man sich eine Titansäurelösung von bekanntem Gehalt her. Zu diesem Zweck gibt man 0,6003 g mehrfach umkristallisiertes und bis zur Gewichtskonstanz bei 105° getrocknetes Titanfluorkalium,  $K_2TiF_6$  (0,2 g  $TiO_2$  entsprechend) in einen größeren Platintiegel, dampft mehrere Male vorsichtig mit starker Schwefelsäure ein, gibt sodann einige Gramm Kaliumhydrosulfat hinzu und erhitzt alles längere Zeit auf dunkle Rotglut, bis eine klare Schmelze entstanden ist. Nach dem Erkalten löst man den Tiegelinhalt in kaltem Wasser, gibt die Lösung in ein 200 ccm-Kölbchen, fügt 6 bis 8 ccm konz. Schwefelsäure hinzu und füllt zur Marke auf; jeder Kubikzentimeter dieser Flüssigkeit enthält 0,001 g = 1 mg  $TiO_2$ . Von dieser Lösung gibt man jedesmal kurz vor dem Gebrauch 10 ccm aus einer Bürette in ein 100 ccm-Kölbchen, fügt einige Kubikzentimeter reiner 3% iger Wasserstoffsüperoxydlösung hinzu, füllt zur Marke auf und schüttelt gut um. Dies ist die später zu gebrauchende „Vergleichslösung“; jeder Kubikzentimeter derselben enthält 0,1 mg  $TiO_2$ .

Vergleichs-  
lösung

<sup>1</sup> Vergl. hierzu Hillebrand, Some principles and methods of rock analysis. Bulletin of the United States Geological Survey. Nr. 176, p. 68.



Ausführung  
der kolori-  
metrischen  
Bestimmung

Zur Ausführung der eigentlichen Bestimmung gibt man zu der oben nach Seite 15—17 erhaltenen Lösung der Kaliumhydrosulfatschmelze einige Kubikzentimeter reines Wasserstoffsperoxyd, bis eine weitere Zunahme der Färbung der Lösung nicht mehr zu bemerken ist. Die Lösung spült man in einem Maßkolben von 250 ccm und bei größerem Titansäuregehalt, welcher sich schon an der ziemlich dunklen Orangefärbung kenntlich macht, in einem solchen von 500 ccm, fügt soviel Schwefelsäure hinzu, daß die Lösung 5% davon enthält, füllt zur Marke auf und schüttelt gut um. Mit dieser Lösung füllt man den einen Zylinder des unten beschriebenen Kolorimeters,<sup>1</sup> in den anderen gibt man

<sup>1</sup> Apparat zur kolorimetrischen Titanbestimmung, nach Hillebrand a. a. O. S. 70. Derselbe besteht aus einem länglichen, innen geschwärzten Pappkasten (*a*) (Länge 35 cm, Höhe 13 cm, Breite 12 cm).

Auf der einen Seite ist er durch eine Glasplatte (*b*) geschlossen, hinter welcher zwei, aus planparallelen weißen Glasplatten zusammengekittete Zylinder (*c* und *c*<sub>1</sub>) (die Kolorimeterzylinder) von genau gleichen Dimensionen (Höhe 12 cm, innere Weite 2,8 bzw. 3 cm) sich befinden; die in der Längsrichtung des Kastens liegenden Seiten der Zylinder sind durch Überziehen der Außenseite mit schwarzem Papier zur Vermeidung von Reflexen geschwärzt. Hinter den Zylindern folgt eine geschwärzte Zwischenwand (*d*), welche längliche Ausschnitte besitzt, die etwas schmaler als die Glaszylinder sind. Ein zwischen dieser Wand und dem Zylinder beweglicher Schieber (*e*) wird bei Ausführung der Bestimmungen jedesmal soweit emporgezogen, daß Licht nur durch die zu vergleichenden Lösungen hindurchgehen kann.

Beim Gebrauch richtet man den Apparat so gegen ein Fenster, daß beide Kolorimeterzylinder gleichmäßig beleuchtet sind; künstliches Licht ist nicht zu gebrauchen.



aus einer Bürette genau 10 ccm der oben beschriebenen Vergleichslösung und läßt aus einer anderen Bürette so viel Wasser zufließen, bis nach dem Umrühren die Farbe in beiden Zylindern gleich ist; zur Kontrolle

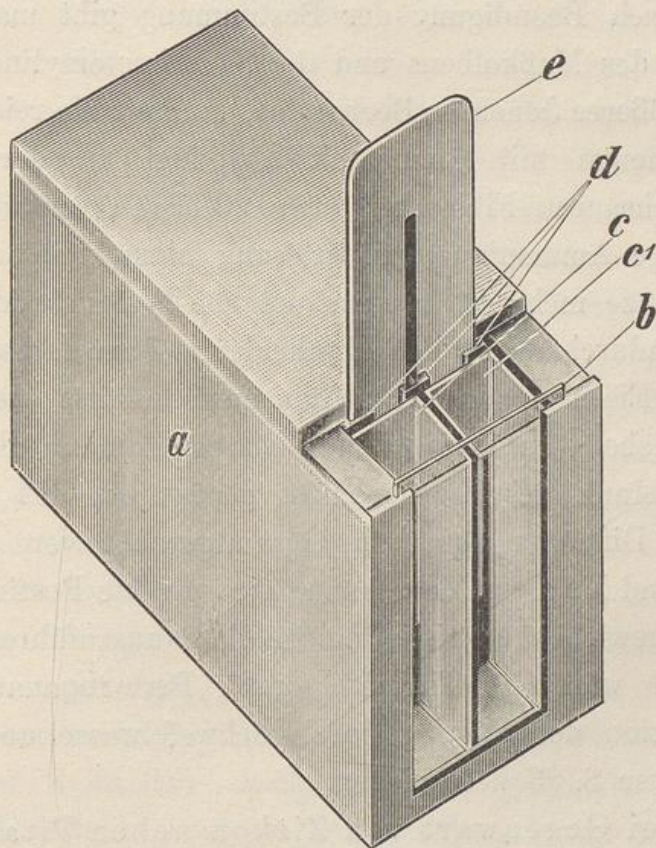


Fig. 1. Apparat zur kolorimetrischen Bestimmung der Titansäure.

fügt man dann nochmals 10 ccm Vergleichslösung hinzu und hierauf Wasser bis wieder Farbgleichheit erreicht ist; beide Versuche müssen übereinstimmen.

Zu den 10 ccm Vergleichslösung z. B. mußten noch 15 ccm Wasser gegeben werden, um mit der zu untersuchenden auf 250 ccm aufgefüllten Lösung gleiche Färbung zu erhalten; in



den 10 ccm der ursprünglichen sowohl wie in den 25 ccm der durch die 15 ccm Wasser verdünnten Vergleichslösung sind 1 mg  $\text{TiO}_2$  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%  $\text{TiO}_2$ .

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  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$  und  $\text{Mn}_3\text{O}_4$  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.