



Anleitung zur Gesteinsanalyse

Dittrich, Max

Leipzig, 1905

b) Abscheidung von Aluminium und Phosphorsäure.

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

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.

Titansäure kaltem Wasser und bestimmt darin nach Seite 21—23 in der angesäuerten und durch Wasserstoffsuperoxyd oxydierten Lösung den Gehalt an Titan. Nach Abzug seines Gewichts von dem vorhin erhaltenen Glührückstand erhält man die in dem Gestein vorhandene Zirkonerde Zirkonmenge, welche als ZrO_2 angegeben wird.

Tonerde und Phosphorsäure Das oben (Seite 12 u. f.) bei der Natronschmelze erhaltene alkalische Filtrat, welches neben Tonerde und Phosphorsäure auch Spuren von löslich gebliebener Kieselsäure enthalten kann, wird mit Salzsäure angesäuert, zur Trockne eingedampft und die vorhandene Kieselsäure wie früher abgeschieden und bestimmt; ihr Gewicht ist der Hauptmenge zuzuzählen.

Aus dem Filtrat fällt man nach Zugabe von Chlorammonium in der Hitze durch Ammoniak in geringem Überschuß die Tonerde als $Al(OH)_3$ und gleichzeitig auch die Phosphorsäure als $AlPO_4$ aus. Da das Tonerdehydrat die Neigung hat, Alkalisalze mitzureißen, ist auch hier eine zweimalige Fällung notwendig. Das Auswaschen muß bis zum Verschwinden der Chlorreaktion fortgesetzt werden, da sich sonst beim Veraschen, ähnlich wie bei Fe_2O_3 , flüchtiges Al_2Cl_6 bilden könnte. Ist das ablaufende Waschwasser chlorfrei, so werden die beiden Filter nach kurzem Trocknen bei 90° im Platintiegel noch ziemlich feucht verascht, und fünf Minuten vor dem Gebläse bis zur Gewichtskonstanz geglüht. Die geglühte Tonerde zieht auf der Wage leicht Wasser an, und man kann oft während des

Wägens eine fortgesetzte Gewichtszunahme bemerken; man tut deshalb gut, das Gewicht erst annähernd bis auf Milligramme festzustellen, dann noch einmal kurze Zeit zu glühen und nun möglichst rasch zu wägen.

Zur Bestimmung der in dem Glührückstand enthaltenen Phosphorsäure gibt man denselben in ein kleines 100 ccm fassendes Becherglas,¹ und kocht ihn mit etwa 10 ccm verdünnter Salpetersäure (1:2) eine Viertelstunde auf mäßig hoher Flamme oder erwärmt ihn längere Zeit auf dem siedenden Wasserbade; dadurch löst sich das gesamte Aluminiumphosphat. Zur Abscheidung der Phosphorsäure selbst fügt man, ohne zu filtrieren, ungefähr 20 ccm einer Lösung von molybdän-saurem Ammonium² hinzu und erwärmt die Flüssigkeit

Phosphor-
säure

¹ Wenn nicht alles selbst mit Hilfe einer Federfahne aus dem Tiegel zu entfernen war, wiegt man denselben wieder zurück und rechnet die später erhaltene Phosphorsäure dann natürlich auf das Gewicht des ganzen Glührückstandes um.

² Zur Herstellung der Molybdänlösung werden 150 g käufliches molybdänsaures Ammonium zerrieben, in einen Literkolben gebracht, darin in $\frac{1}{2}$ l destilliertem Wasser unter Erwärmen gelöst, noch $\frac{1}{2}$ l Wasser hinzugefügt und die Lösung in 1 l Salpetersäure von 1,2 spez. Gewicht gegossen (nicht umgekehrt!). Nachdem die Lösung einige Tage im warmen Zimmer gestanden hat, wird sie — wenn nötig — klar abgehebert und vor Licht geschützt aufbewahrt. Zur Fällung von 0,1 g P_2O_5 braucht man 100 ccm der Molybdänlösung.

Die verdünnte Molybdänlösung besteht aus 80 Teilen der konzentrierten, 20 Teilen Salpetersäure (spez. Gew. 1,2) und 100 Teilen Wasser.

Die Magnesiamixtur erhält man durch Auflösung von 55 g kristallisiertem Magnesiumchlorid und 70 g Chlorammonium in

auf dem Wasserbade $\frac{1}{2}$ Stunde gelinde. Nach dem Absitzen filtriert man den Niederschlag zur Vermeidung des Trübedurchlaufens durch ein doppeltes Filter, wäscht ihn einige Male mit verdünnter Ammoniummolybdatlösung aus und löst ihn hierauf auf dem Filter selbst mit verdünntem Ammoniak, indem man das Filtrat in das vorher angewendete Becherglas fließen läßt, um auch die darin befindlichen Reste des Molybdänniederschlags in Lösung zu bringen. Sodann filtriert man durch dasselbe Filter von dem Ungelösten in ein sauberes Becherglas von 100 bis 150 ccm Inhalt und gibt zu dem klaren Filtrat vorsichtig konzentrierte Salzsäure hinzu, bis der ausfallende gelbe Niederschlag sich nur langsam wieder auflöst. Hierauf macht man mit Ammoniak stark alkalisch und fällt nach dem Erkalten die Phosphorsäure durch wenig Magnesiamixtur als Magnesiumammoniumphosphat aus. Nach einigen Stunden Stehens kann man den meist nicht allzustarken Niederschlag abfiltrieren; man wäscht mit verdünntem ca. $2\frac{1}{2}\%$ igem Ammoniak nur so lange aus, bis durch Silbernitrat nach dem Ansäuern mit Salpetersäure nur noch eine schwache Opaleszens entsteht. Hierauf trocknet man das Filter mit Niederschlag bei 90° und verascht beides im Porzellantiegel; bei größeren Mengen verascht man erst das Filter allein, gibt nachher den Niederschlag hinzu, erhitzt alles anfangs

650 ccm Wasser im Literkolben und Auffüllen bis zur Marke mit 10% igem Ammoniak (spez. Gew. 0,96). Zur Ausfällung von 0,1 g P_2O_5 werden von dieser Lösung 10 ccm gebraucht.

gelinde und glüht dann stärker. Wenn der Glührückstand, $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$, nicht rein weiß sein sollte, durchfeuchtet man ihn mit ganz wenig konzentrierter Salpetersäure, verjagt dieselbe vorsichtig und glüht schließlich von neuem bis zur Gewichtskonstanz. Die aus dem Gewicht des erhaltenen $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ durch Multiplikation mit 0,6376 berechnete Menge P_2O_5 ist von der oben gefundenen Summe von $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{AlPO}_4$ abzuziehen; die Differenz ist reines Al_2O_3 .

Tonerde

Calcium.

Die gesamten Filtrate von Fe_2O_3 , Al_2O_3 usw., welche nur noch Calcium und Magnesium enthalten, werden nach ganz schwachem Ansäuern mit Essigsäure auf ein mäßiges Volumen eingedampft, im Becherglas zum Kochen erhitzt und mit etwa 15 bis 20 ccm einer kochendheißen konzentrierten Lösung von reinem Ammoniumoxalat gefällt. Bei geringem Kalkgehalt bleibt die Lösung anfangs klar und scheidet erst allmählich das Calciumoxalat ab. Dasselbe wird absitzen gelassen und die darüber stehende Flüssigkeit mit einem Tropfen Ammoniumoxalat geprüft, ob alles ausgefällt ist. Wenn dies der Fall ist, läßt man abkühlen und filtriert nach etwa zwölf Stunden Stehens. Der Niederschlag wird erst durch Dekantieren mit heißem Wasser einige Male ausgewaschen und sodann auf dem Filter wieder in verdünnter warmer Salzsäure gelöst; denn da das oxal-saure Calcium gern fremde Salze mit einzuschließen pflegt und es hier aus einer ziemlich viel Kochsalz

Calcium