



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Anleitung zur Gesteinsanalyse

Dittrich, Max

Leipzig, 1905

Phosphorsäure.

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

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.