



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Anleitung zur Gesteinsanalyse

Dittrich, Max

Leipzig, 1905

Kieselsäure.

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

warmem Wasserbad in wenig Salzsäuremethylalkohol und fügt die Lösung quantitativ der Hauptmenge zu. Sind keine festen Teilchen vorhanden, so entfernt man das Uhrglas, spritzt es ab, verjagt, während man die Flamme (1 bis 2 cm hoch) mit der Hand reguliert, unter stetem Umrühren, um Stoßen zu vermeiden, den Alkohol und erhitzt die Schale schließlich auf dem Wasserbade, bis die Masse vollkommen trocken geworden ist. Man durchfeuchtet von neuem mit Salzsäuremethylalkohol, läßt einige Zeit auf dem schwachwarmen Wasserbad mit Uhrglas bedeckt stehen und wiederholt das Verjagen des Alkohols wie oben. (Schale auf Asbestdrahtnetz, 1 bis 2 cm hohe Flamme.) Diese Operation wird noch ein weiteres Mal ausgeführt, indem man dafür Sorge trägt, alle vorhandenen, nach den Rändern zu entstandenen Ansätze herunter zu spritzen. Es bleibt danach nur eine dem Analysenmaterial entsprechende, ganz geringe Menge von Salzen zurück. Gibt man bei der ganzen Prozedur der Borsäureverjagung ordentlich acht und vergißt nicht das fleißige Rühren, so findet nicht das mindeste Stoßen der siedenden Flüssigkeit statt.

Die am Schluß verbleibende Salzmasse wird zur
Kieselsäure Abscheidung der Kieselsäure¹ nunmehr nach dem Trockenrühren wenigstens eine halbe Stunde weiter getrocknet. Den Trockenrückstand durchfeuchtet man mit 5 ccm konz. Salzsäure, versetzt ihn nach 10 Minuten

¹ Siehe auch oben Seite 6 und folgende.

Stehens mit 75 ccm heißem Wasser, erhitzt die Schale 15 Minuten unter mehrmaligem Umrühren auf dem Wasserbade und filtriert nun die unlöslich gewordene Kieselsäure ab, indem man mit kochendem Wasser, dem man anfänglich auf dem Trichter verdünnte Salzsäure zutröpfelt, so lange auswäscht, bis eine auf dem Hohlraum eines Platindeckels verdampfte Tropfprobe (1 bis 3 Tropfen) keinen ersichtlichen Ring mehr zeigt, was nach 15- bis 20maligem Aufspritzen erfolgt. Das Filtrat muß eingedampft und noch zweimal zur Verjagung der letzten Spuren Borsäure mit Salzsäuremethylethylalkohol behandelt werden. Um auch die noch in Lösung befindlichen geringen Mengen Kieselsäure abzuscheiden, behandelt man bei Gegenwart von Magnesium den einige Zeit bei 120° getrockneten Rückstand, wie eben beschrieben, weiter.

Nach dem Abfiltrieren und guten Auswaschen werden beide Filter mit der Kieselsäure in einem größeren gewogenen Platintiegel naß verascht, erst über dem Bunsenbrenner und schließlich mindestens 5 Minuten vor dem Gebläse geglüht; nur so ist es möglich, sämtliches Wasser der Kieselsäure zu entziehen.

Da die besonders zuletzt abgeschiedene Kieselsäure nie ganz rein ist, sondern meist etwas Eisen, bei Gegenwart von Titansäure auch diese enthält, wird sie durch Abdampfen mit Fluß- und Schwefelsäure verjagt und ihr Gewicht aus der Differenz bestimmt. Wenn daher das Gewicht konstant ist, wird die Kieselsäure mit ca. 10 bis 15 Tropfen verdünnter Schwefelsäure durch-

feuchtet, mit einer zur Auflösung der SiO_2 nötigen Menge (ca. 10 ccm) Flußsäure übergossen, das Fluorsilicium in einem gutziehenden Abzuge auf einem dicken Asbestteller und hierauf die überschüssige Schwefelsäure erst mit kleiner, später mit größerer Flamme abgeraucht. Es hinterbleibt noch ein geringer meist rötlich-gelb gefärbter Rückstand, welcher unter Zusatz von etwas kohlen-saurem Ammonium — zur möglichst vollständigen Entfernung der Schwefelsäure — mit dem Bunsenbrenner geglüht wird. Das Gewicht des Rückstandes muß natürlich von dem der anfänglich gefundenen Kieselsäure in Abzug gebracht werden. Später, in dem Ammoniakniederschlag bei der Tonerde finden sich noch geringe Mengen Kieselsäure, welche zu der hier erhaltenen hinzugezählt werden müssen.

Die Filtrate von der Kieselsäure werden, wie früher (S. 9) beim Aufschluß mit Soda beschrieben, weiter behandelt; durch Ammoniak werden ausgefällt: Eisen, Aluminium, Mangan, Titan, Zirkon und Phosphate und im Filtrat davon durch oxalsaures Ammonium das Calcium.

Ammoniak-
fällung

Calcium

Magnesium.

Die Fällung des Magnesiums darf natürlich nicht durch Natriumphosphat erfolgen, weil dann eine Bestimmung der Alkalien unmöglich gemacht würde; seine Abscheidung erfolgt als Magnesiumoxyd nach Verjagen der Ammoniumsalze durch mehrfaches Abdampfen mit