



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Anleitung zur Gesteinsanalyse

Dittrich, Max

Leipzig, 1905

a) nach Mitscherlich.

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

Für den Aufschluß sind zwei Methoden, nach Mitscherlich¹ und nach Cooke² und Pebal-Dölter,³ zu empfehlen, von denen aber keine in jeglicher Beziehung vollkommen befriedigende Resultate liefert.

Eisenoxydulbestimmung nach Mitscherlich.

Nach Mitscherlich zersetzt man das Gesteinspulver durch mehrstündiges Erhitzen im geschlossenen Rohr auf 180—200° mit starker Schwefelsäure.

Zu diesem Zweck gibt man in ein trockenes Bombenrohr von eisenoxydulfreiem Kaliglas mittelst einer langen Kugelhöhre oder weiten Trichterrohres etwa $\frac{3}{4}$ —1 g des äußerst fein gepulverten Gesteins, fügt etwas Wasser hinzu und erwärmt letzteres einen Moment zum Sieden, um dadurch die Luft aus dem Gesteinspulver auszutreiben und ein späteres Festkleben des Gesteins an der Röhrenwandung zu vermeiden. Nach dem Erkalten füllt man das Rohr etwa $\frac{3}{4}$ voll mit einer abgekühlten Mischung von 3 Teilen konz. Schwefelsäure und einem Teil ausgekochten Wassers und zieht vor dem Gebläse das obere Rohrende zu einem dickwandigen Halse aus. Durch denselben leitet man mittelst eines Capillarrohres einige Zeit CO₂ in das Rohr ein, verdrängt dadurch die über der Säure stehende Luft vollständig und

¹ Journal f. prakt. Chemie 81, 108 und 83, 455 und Z. f. analyt. Chemie 1, 56.

² Am. Journ. of Sc. (Sill.) [2] 44. 307. (1867.)

³ Tschermak's Mineralog. u. petrograph. Mitteilungen 1877, 281 und 1880, 100.

schmilzt schließlich unter stetem Einleiten von Kohlensäure das ausgezogene Rohr möglichst dickwandig ab. Man läßt in senkrechter Stellung erkalten, schüttelt hierauf das Rohr, bis sich die Substanz vollständig in der Säure verteilt hat, und erhitzt es schließlich im Schießofen einen Tag auf 180—200°. Nach dem Erkalten prüft man mittelst Lupe, ob der Aufschluß beendet ist, und erhitzt, sollte es nicht der Fall sein, noch weiter, bis dies erreicht ist. Wenn alles aufgeschlossen ist, sprengt man die Spitze der Röhre ab, wirft dieselbe in eine größere Platinschale, welche mit Schwefelsäure angesäuertes, ausgekochtes Wasser enthält, gibt den Inhalt der Röhre ebenfalls hinein, spült mit gleichem Wasser nach, und titriert mit Permanganatlösung von bekanntem Titer (s. u.) bis zur bleibenden Rotfärbung. Die auf diese Weise erhaltenen Zahlen sind, wenn das Gestein vollständig aufgeschlossen war und frei von Sulfiden¹ ist, recht genau. Leider lassen sich viele Gesteine nach dieser Methode nicht völlig zersetzen. Man kann zwar zu diesem Zweck der Schwefelsäure noch Flußsäure zufügen, ist aber nicht sicher, ob diese nicht eher auf das Glas zersetzend einwirkt als auf das Gestein. Ferner gehen die meist eisenhaltigen Sulfide als FeO-Verbindungen in Lösung, und der dabei entwickelte Schwefelwasserstoff reduziert als Oxyd vor-

¹ Auch die Gegenwart von Vanadin gibt zu Ungenauigkeiten Veranlassung; jedoch kommt dasselbe in Gesteinen meist nur selten und in sehr geringer Menge vor und ist infolgedessen in dieser Anleitung nicht weiter berücksichtigt.

handenes Eisen zu Oxydul; dadurch erhöht sich bei der Titration der Permanganatverbrauch, und man bekommt also zu hohe Zahlen, für die erforderlichenfalls Korrekturen durch weitere Bestimmungen anzubringen sind.

Das erhaltene FeO wird durch Multiplikation mit 1,1113 auf Fe₂O₃ umgerechnet und von der früher (S. 19 bzw. 26) gefundenen Gesamtmenge Fe₂O₃ in Abzug gebracht.

Zur Berechnung diene folgendes Beispiel: Titer der Permanganatlösung¹: 1 ccm = 0,005588 g Fe = 0,007188 g FeO = 0,007988 g Fe₂O₃.

¹ Zur Herstellung der Permanganatlösung werden 3,5 g auf der Trierwage abgewogene und gepulverte KMnO₄-Kristalle in etwa 500 ccm Wasser gelöst; nach dem Absitzen über Nacht gießt man von dem Bodensatz in einen Literzylinder ab und füllt zur Marke auf. Die Lösung muß zum Schutz gegen Zersetzung im Dunkeln aufbewahrt werden. Zur Ermittlung ihres Titers wiegt man auf einem genau tarirten Uhrglas 3,5083 g Mohrsches Salz FeSO₄·(NH₄)₂SO₄·6 H₂O, dessen Molekulargewicht (392,23) fast genau 7 mal dem Atomgewicht des Eisens (55,88) entspricht, ab, bringt dasselbe mittels eines Trichters in ein 250 ccm Kölbchen, in welchem sich etwas verdünnte Schwefelsäure befindet, spült Uhrglas und Trichter mit Wasser nach, löst alles, füllt dann erst zur Marke auf und schüttelt gut durch. (Die Lösung ist nicht haltbar.)

Zur Titerbestimmung werden je 50 ccm (¹/₅ der ganzen Lösung = 0,1 g Fe) oder auch nur 25 ccm herauspipettiert, in ein Becherglas gegeben, mit verdünnter Schwefelsäure gut angesäuert und mit der KMnO₄-Lösung bis auf Rosafärbung titriert; dieser Versuch ist zu wiederholen bis übereinstimmende Resultate erhalten sind. Wurden im Durchschnitt auf 50 ccm FeO-Salzlösung 17,9 ccm der Permanganatlösung verbraucht, so entspricht 1 ccm davon = 0,005588 g Fe.

Zur Titration verbraucht 7,4 ccm, Gehalt an

$$\text{FeO} = \frac{7,4 \cdot 0,007188}{\text{angw. Subst.}}$$

entsprechend

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{7,4 \cdot 0,007988}{\text{angw. Subst.}}$$

Eisenoxydulbestimmung nach Cooke und Pebal-Dölter.

Weit rascher als nach Mitscherlich und vollständiger gelingt die Aufschließung nach Cooke und Pebal-Dölter mit Flußsäure und Schwefelsäure.

In einen geräumigen Platintiegel gibt man etwa 1 g der besonders fein gepulverten Substanz, verrührt dieselbe mittelst eines Platinspatels mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure (1:4) und fügt etwa 20 bis 30 ccm chemisch reine Flußsäure¹ hinzu. Sobald dies geschehen, setzt man den Tiegel auf ein kleines zum Sieden erhitztes Wasserbad, stülpt darüber eine Flasche, deren Boden abgesprengt ist, und läßt durch den Hals derselben einen lebhaften Kohlensäurestrom einfließen oder leitet nach Pratt² durch einen durchlöcherten Platindeckel Kohlensäure in den Tiegel. Nach etwa 5 bis 10 Minuten lüftet man die Flasche bzw. den Deckel, rührt, um ein Festkleben der Substanz an den Tiegelwandungen zu verhindern, den Inhalt des Tiegels

¹ Die Flußsäure muß frei von reduzierenden Substanzen sein; Prüfung der verdünnten Säure in einer Platinschale durch Zusatz von einem Tropfen Permanganatlösung, welcher nicht entfärbt werden darf.

² Am. Journ. Sc. 3d ser. Vol. XLVIII, 149 (1894).