



Anleitung zur Gesteinsanalyse

Dittrich, Max

Leipzig, 1905

b) Nach Cooke und Pebal-Dölter.

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

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).

gut um,¹ und setzt das Erhitzen je nach der mehr oder minder leichten Zersetzlichkeit des Gesteins noch eine viertel bis eine halbe Stunde fort. Nach dem Erkalten, — man kann dies beschleunigen, wenn man das heiße Wasser des Wasserbades durch kaltes mittelst eines seitlich angebrachten Ein- bzw. Ablaufrohrs verdrängt — gibt man den Inhalt, wie schon oben beschrieben, in eine große Platinschale, welche mit Schwefelsäure stark angesäuertes ausgekochtes Wasser enthält, und titriert unter Umrühren bis eben Rotfärbung eintritt, welche einige Sekunden anhält. Die Farbe verschwindet jedoch bald wieder und es können einige Kubikzentimeter Permanganatlösung zugesetzt werden, bis die Färbung dauernd bleibt; die so erhaltenen Zahlen sind aber zu hoch, und es ist nur die zuerst gefundene die richtige. Das erhaltene Oxydul wird durch Multiplikation mit 1,1113 auf Oxyd umgerechnet und von den früher (S. 19 bzw. 26) ermittelten Fe_2O_3 abgezogen.

Die auf diese Weise gewonnenen Zahlen sind ebenfalls nicht vollständig genau. Zwar werden alle Gesteine von Fluß-Schwefelsäure völlig aufgeschlossen, allein Vanadin erhöht in gleicher Weise wie nach der Mitscherlichschen Methode den FeO-Gehalt. Die Gegenwart von Pyrit dagegen stört nicht, da dieser

¹ Da die giftigen Flußsäuredämpfe leicht dabei unter die Fingernägel dringen und dort schmerzhaft Entzündungen herbeiführen können, benutze man Überzüge von Gummi über die Fingerspitzen oder Gummihandschuhe.

durch die Säure bei Luftabschluß nicht angegriffen wird. Lösliche Schwefelverbindungen erhöhen jedoch ebenso wie bei Mitscherlich ev. in doppelter Weise den FeO-Gehalt. Zwar dürfte in der Hitze die geringe Menge H_2S , ohne zu reduzieren, weggehen, allein das in Lösung gegangene Eisen des Sulfides muß bei größerem Gehalt daran durch Bestimmung des beim Kochen des Gesteins mit Salzsäure im Kohlensäurestrom entwickelten Schwefelwasserstoffs ermittelt und, auf FeO umgerechnet, von der gefundenen Gesamtmenge in Abzug gebracht werden.

Phosphorsäure.

In den Silicatgesteinen ist Phosphorsäure nur in geringen Mengen, gewöhnlich als Apatit, $3(Ca_3P_2O_8) + CaClF$, vorhanden. Eine Bestimmung derselben in einer besonderen Portion ist nicht nötig, da der Gehalt bei der Tonerde (S. 29) mit voller Sicherheit und großer Einfachheit durch Ausziehen mit Salpetersäure ermittelt werden kann.

Schwefel.

Der Schwefel findet sich in verschiedenen Bindungen in den gesteinsbildenden Mineralien: als Sulfat oder als Sulfid.

Bestimmung des Schwefels in Sulfate enthaltenden Gesteinen.

Sind nur Sulfate zugegen, so kocht man das Gesteinspulver (1 bis 2 g) einfach mit mäßig starker Salz-