



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Elemente der Mineralogie

Naumann, Carl Friedrich

Leipzig, 1901

§. 152. Prüfung auf Schmelzbarkeit und flüchtige Bestandtheile

[urn:nbn:de:hbz:466:1-84232](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:hbz:466:1-84232)

Kleine Stücke von der Grösse eines Hanfkorns, feine Splitter von einem halben cm Länge sind gewöhnlich vollkommen ausreichend, wenigstens für die Prüfungen auf dem trockenen Wege, bei welchen in der Regel die Anwendung grösserer Stücke nicht einmal rathsam ist. — Auf welche Weise die quantitative Analyse der Mineralien, die Trennung und die Quantitätsbestimmung der einzelnen Bestandtheile vorgenommen wird, darüber können sich die vorliegenden »Elemente« nicht verbreiten.

3. Prüfung der Mineralien auf dem trockenen Wege.

§ 452. **Prüfung auf Schmelzbarkeit und flüchtige Bestandtheile.** Zur Prüfung der Mineralien auf dem trockenen Wege dient das Löthrohr, mittels dessen die Hitze einer Lampenflamme auf einen kleinen Raum concentrirt und folglich bedeutend erhöht werden kann. Indem die Einrichtung und Manipulation des Löthrohrs sowie der übrigen Apparate als bekannt vorausgesetzt wird, mag nur in Erinnerung kommen, dass man die Probe (d. h. einen Splitter oder ein kleines Körnchen des zu prüfenden Minerals) der Flamme entweder mit einer Platinzange, oder auch auf einer Unterlage von Holzkohle oder Platindraht darbietet, und dass die Flamme selbst eine chemisch verschiedene Wirkung ausübt, je nachdem sie hauptsächlich als gelbe oder als blaue Flamme hervorgebracht wird, und je nachdem man nur die Spitze derselben auf die Probe richtet, oder diese letztere ganz in die Flamme eintaucht (Oxydations- und Reductionsfeuer)¹⁾. Uebrigens behandelt man die zu prüfende Substanz theils für sich, theils mit verschiedenen Reagentien, und schliesst aus den Erscheinungen, welche sich in beiden Fällen zu erkennen geben, auf ihre qualitative chemische Zusammensetzung.

Für sich erhitzt man die Probe:

- a) im Kolben (oder in einer an einem Ende zugeschmolzenen Glasröhre) über der Flamme einer Spirituslampe oder eines Bunsen'schen Brenners, um zu sehen, ob sich etwas auch ohne Zutritt der Luft verflüchtigt und an den kühleren Stellen condensirt.

Hierbei entweicht das vorhandene Wasser und setzt sich im Halse des Röhrchens wieder ab; flüchtige Säuren (arsenige, antimonige Säure) entweichen und röthen ein in die Mündung gehaltenes Streifchen von blauem Lackmuspapier; Schwefel, Arsen, Quecksilber sublimiren; Antimon- und Tellur-Verbindungen geben einen weissen Rauch, u. s. w. Weiterhin kann sich hierbei zeigen: Phosphorescenz, ein Aufglühen (z. B. beim Gadolinit), eine Farbenveränderung (Limonit), eine eintretende Schmelzung.

- b) im beiderseits offenen, etwas geneigt gehaltenen Glasrohr, um zu sehen, ob etwa beim Durchströmen der Luft flüchtige Oxyde oder Säuren sich bilden.

Auf diese Weise erkennt man durch das Reagenspapier, durch den Geruch oder die Beschaffenheit des Sublimats die meisten Schwefel-, Selen-, Tellur-, Antimon-, Arsen- und Wismut- sowie Quecksilber-Verbindungen; Kohle verbrennt beim Glühen an der Luft, alle organischen Verbindungen zersetzen sich beim Erhitzen, die meisten unter Abscheidung von Kohle.

4) Der nicht leuchtende heissere Flammentheil am Ende der Löthrohrflamme hat wegen des directen Zuströmens der Luft einen Ueberschuss von Sauerstoff und wirkt daher oxydirend; man erzeugt ihn am besten, wenn die Spitze des Löthrohrs ein wenig in die Flamme eingeführt wird. In dem leuchtenden Flammentheil bringen die vorhandenen glühenden Kohletheilchen und der Mangel an Sauerstoff eine Reduction hervor, welche am besten vermittelt wird, wenn man die Löthrohrspitze in geringer Entfernung von der Flamme hält.

- c) auf Kohle, um die Gegenwart von Arsen (im Reductionsfeuer), oder von Selen und Schwefel (im Oxydationsfeuer) zu entdecken, welche sich durch den Geruch zu erkennen geben; Antimon, Zink, Blei und Wismut werden durch den Sublimatbeslag erkannt, mit welchem sich die Kohle durch die Wirkung der äusseren Flamme in der Umgebung der Probe bedeckt¹⁾; aus manchen Metalloxyden und Schwefelmetallen lässt sich in der inneren Flamme das Metall (Blei, Kupfer, Zinn) regulinisch darstellen.
- d) in der Platinzange, im Oehre eines Platindrahts oder auf Kohle, um ihre unmittelbare Schmelzbarkeit zu prüfen, wobei jedoch alle ausserdem stattfindenden Erscheinungen (Aufschäumen, Anschwellen, Aufblähen, Leuchten, Funkensprühen, Färbung der Flamme) mit zu berücksichtigen sind.

Rücksichtlich ihrer Schmelzbarkeit verhalten sich die Mineralien sehr verschieden; einige schmelzen selbst in grösseren Körnern leicht, andere schwieriger, noch andere nur in feinen Splittern oder scharfen Kanten, und manche sind vor dem Löthrohr ganz unschmelzbar. Bei diesen Versuchen hat man auch besonders darauf zu achten, ob die Löthrohrflamme während der Erhitzung und Schmelzung der Probe eine auffallende Färbung zeigt, welche für manche Substanzen sehr charakteristisch ist. — Die Beschaffenheit des Schmelzungsproducts ist ebenfalls zu bemerken: ob dasselbe als Glas (klares oder blasiges), als Email, oder als Schlacke erscheint u. s. w. Sehr viele, und zumal krystallisirte Mineralien, zerknistern oder decrepitiren mehr oder weniger heftig in der Hitze, weshalb es rathsam ist, sie zuvörderst im Kolben zu erhitzen, um die kleinen Splitter nicht zu verlieren, welche dann weiter auf geeignete Art zu prüfen sind.

Um die Schmelzbarkeit etwas genauer zu bestimmen, dazu schlug *v. Kobell* eine Scala der Schmelzbarkeit vor, deren sechs Grade durch folgende Mineralien dargestellt werden: Antimonglanz (schmilzt schon an der blosen Lichtflamme); Natrolith (schmilzt nur in feinen Nadeln an der Lichtflamme); Almandin (schmilzt nicht mehr an der Lichtflamme, aber recht gut vor dem Löthrohr zu einem Kügelchen); Strahlstein (schmilzt noch in feinen Splittern vor dem Löthrohr ziemlich gut zu rundem Köpfchen); Orthoklas (schmilzt dann schon recht schwer); Bronzit (rundet sich dann nur an den schärfsten Kanten etwas ab). Quarz ist so völlig unschmelzbar. Der Gebrauch dieser Scala setzt voraus, dass man einen Splitter der Probe zugleich mit dem Splitter eines der genannten Mineralien in der Zange fasst und der Flamme darbietet. *Plattner* unterscheidet folgende fünf Abstufungen der Schmelzbarkeit: 1) leicht zur Kugel schmelzend; 2) schwer zur Kugel schmelzend; 3) leicht in Kanten schmelzbar; 4) schwer in Kanten schmelzbar; 5) unschmelzbar.

Nach *Ralph Cussak* beträgt der Schmelzpunkt bei: Bleiglanz 727° , Axinit und auch Zoisit 995° , Cyanit 1090° , Staurolith 1445° , Zinnstein 1427° , Adular 1468° , Albit 1472° , Augit und Hornblende 1490° , Andalusit 1209° , Apatit 1227° , Vesuvian 1230° , Almandin 1265° , Strahlstein 1280° , Enstatit 1295° , Leucit 1298° , Olivin 1378° , Quarz 1425° , Rutil 1560° . — In der Knallgasflamme schmilzt Bronzit mit Leichtigkeit; auch schmilzt Platin, dessen Schmelztemperatur zu 2500° angenommen wird. — *Spezia* verstärkte die Wirkung des gewöhnlichen Leuchtgas-Löthrohrs durch einen unter 25 Mm. Quecksilberdruck stehenden Sauerstoffstrom; eine ganze Menge von Mineralien, welche bei dem gewöhnlichen Verfahren unschmelzbar sind, wird dadurch

¹⁾ Diese und andere Sublimationsproducte können, auf einem Objectträger aufgefangen, mikroskopisch und mikrochemisch untersucht werden; vgl. *V. Goldschmidt*, Z. f. Kryst. XXI. 1893. 329.

geschmolzen, z. B. Korund, Quarz, Spinell, Chrysoberyll, Cyanit, Sillimanit, Olivin, Phenakit, Perowskit, Molybdänglanz.

Sehr interessant und sogar wichtig für die Diagnose mancher Mineralien sind die von *G. Rose* ausgeführten Untersuchungen über die Bildung mikroskopischer Krystalle gewisser Bestandtheile der Mineralien, wenn solche vor dem Löthrohr in Borax oder Phosphorsalz geschmolzen oder aufgelöst worden sind. Während der Erkaltung der Schmelzprobe scheiden sich dann gewisse Bestandtheile in vollkommen ausgebildeten Krystallen aus, welche in der vorher platt gedrückten Perle unter dem Mikroskop genau zu erkennen sind. Auf diese Weise erhielt *G. Rose* 1867 z. B. in der Boraxperle die Oxyde des Eisens in den Formen des Eisenglanzes oder Magnet-eisens und die Titansäure nach Maassgabe der Temperatur in der Form des Rutil; die von *G. Rose* als Anatas bestimmten Kryställchen sind indessen nach *Wunder* Rhomboëder des Titannatriumphosphats $\text{Ti}^2\text{Na}[\text{PO}_4]^3$; doch ist es später *Doss* gelungen, auch wirklichen Anatas in der Phosphorsalzperle darzustellen, und zwar in nicht allzu-hoher Temperatur durch relative Erniedrigung des P_2O_5 -Gehalts, indem z. B. wiederholt oxydirt und reducirt, sowie von neuem Titansäure zugesetzt wird. Vor allem wichtig ist auf diesem Gebiete der Aufsatz von *W. Florence* »Darstellung mikroskopischer Krystalle in Löthrohrperlen« (N. Jahrb. f. Miner. 1898. II. 112), welcher eine grosse Menge praktischer Handgriffe mittheilt und für die Diagnose der Ausscheidungsproducte viel Neues bietet.

Bestimmte Färbungen der äusseren Flamme, bei Erhitzung der Probe in der Spitze der inneren Flamme, bringen folgende Substanzen hervor:

carminroth: Lithium; purpurroth: Strontium; orangeroth: Calcium;
röthlichgelb: Natrium; violett: Kalium;
gelblichgrün: Baryum; zeisiggrün: Borsäure; bläulichgrün: Phosphorsäure;
smaragdgrün: Kupferoxyd; rein grün: Thallium;
hellblau: Arsen; grünlichblau: Antimon; azurblau: Chlorkupfer, Selen.

In manchen Fällen wird die Färbung der Flamme durch Befeuchtung der Probe mit Salzsäure oder Schwefelsäure (bisweilen auch durch einen Zusatz von Chlorsilber) gesteigert oder doch nachhaltiger gemacht.

Sind Natron und Kali neben einander vorhanden, so verdeckt die gelbe Färbung die violette; um die letztere dennoch hervortreten zu lassen, blickt man nach *Bunsen's* Vorschlag durch ein blaues Kobaltglas oder durch eine parallelwandige mit Kupferoxydammoniak-Lösung gefüllte Flasche; in beiden »Lichtfiltern« werden die gelben Strahlen zurückgehalten, während die violetten durchgehen.

Die bei Verbrennung gewisser Stoffe entstehenden Färbungen der Flamme haben bekanntlich durch die Spectralanalyse eine ganz ausserordentliche Bedeutung gewonnen. Die Analyse der Flammenfarbe wird mittels eines Spectroskops unternommen, nachdem man das Mineralpulver mit etwas Salzsäure oder Schwefelsäure (oder bei schwieriger Zersetzbarkeit mit etwas Fluorammonium und Schwefelsäure) auf einem Platinblech angemacht, von dem Gemisch etwas in das Ohr eines Platindrahtes aufgenommen und in den Saum eines *Bunsen's*chen Brenners gebracht hat. — Wenn man den elektrischen Funken eines durch einen starken Inductionsapparat geladenen Condensators zwischen zwei kleinen, von Pincetten mit Platinspitzen gehaltenen Stückchen eines Minerals, welches metallisch leitet oder auch nur im Funken flüchtig ist, überspringen lässt, so sind im Spectrum des Funkens durch ein gewöhnliches Spectroskop mit einem Prisma die charakteristischen Linien der einzelnen Bestandtheile des Minerals, nicht nur der Metalle, sondern auch der Metalloide, direct sichtbar. Bei nichtleitenden Mineralien wird eine kleine feingepulverte Probe in einem Platinlöffelchen mit Li_2CO_3 zum Schmelzen erhitzt und auf diese lässt man den elektrischen

Funken überspringen (*de Gramont*, vgl. *Z. f. Kryst.* XXVII. 1897. 622; XXXII. 1900. 637).

§ 453. **Reagentien.** Die wichtigsten Reagentien, welche bei der Prüfung der Mineralien vor dem Löthrohr ihre Anwendung finden, sind folgende:

1) Soda (doppelt-kohlensaures Natron oder Natriumbicarbonat). Dieses Salz dient zur Auflösung des Baryts, der Kieselsäure und vieler Silicate, ganz besonders aber zur Reduction der Metalloxyde. Für diesen letzteren Zweck wird die Probe pulverisirt, mit feuchter Soda zu einem Teig geknetet und dieser auf Kohle im Reductionsfeuer behandelt. Meist zieht sich das Natron in die Kohle, weshalb nach beendigter Operation die mit ihm erfüllte Kohlemasse höchst fein pulverisirt und das Kohlepulver durch Wasser sorgfältig fortgespült werden muss, worauf das Metall am Boden des Mörsers sichtbar wird. Als Reductionsmittel sind das neutrale oxalsaure Kali und das Cyankalium noch vorzuziehen.

2) Borax (zweifach-borsaures Natron); diese Substanz, welche selbst zu klarem Glas (Perle) schmilzt, hat, wie die folgende, die Eigenschaft, in der Schmelzhitze Metalloxyde aufzulösen, welche ihr eine besondere, als Kennzeichen dienende Färbung mittheilen¹⁾. Die Substanzen werden im Oehr eines dünnen Platindrahts geschmolzen, die Mineralien als kleine Splitter oder als Pulver zugesetzt. Man beobachtet, ob letztere sich leicht oder schwer, ob mit oder ohne Brausen lösen, ob eine, und welche Farbe in dem Schmelzproduct zum Vorschein kommt, wobei das Verhalten sowohl im Oxydationsfeuer als im Reductionsfeuer, auch das Aussehen in der Hitze oder Kälte zu berücksichtigen ist.

3) Phosphorsalz (phosphorsaures Natron-Ammoniak); ist vorzüglich wichtig zur Unterscheidung der Metalloxyde, deren Farben mit ihm weit bestimmter hervortreten pflegen, als mit Borax²⁾. Auch ist es ein gutes Reagens zur Erkennung der Silicate, deren Kieselsäure von den Basen abgeschieden wird und in dem geschmolzenen Phosphorsalz in Form eines sog. Skeletts ungelöst bleibt.

Zu bemerken ist, dass die Schwefelmetalle und Arsenmetalle vor der Prüfung mit Borax, Phosphorsalz oder Soda erst auf Kohle geröstet werden müssen, um ihren Schwefel- oder Arsengehalt zu entfernen, und sie selbst zu oxydiren. Ist wegen allzu reichlichen Zusatzes der Probe die Borax- oder Phosphorsalzperle zu opak ausgefallen, um die charakteristische Farbe zu zeigen, so kann man sie im heissen Zustande mit dem Hammer ausplätten, oder zu einem Faden ausziehen, oder sie kalt zerkleinern und einen Theil mit neuem Flussmittel behandeln.

Andere nur in besonderen Fällen zur Anwendung kommende Reagentien sind:

1) Verglaste Borsäure (Anhydrid der Borsäure), ist unentbehrlich zur Entdeckung der Phosphorsäure.

2) Saures schwefelsaures Kali, im wasserfreien Zustande, dient zur Entdeckung von Lithion, Borsäure, Fluor, Brom und Jod, sowie zur Zerlegung titansauren, tantalsauren und wolframsaurer Verbindungen. *Websky* empfiehlt es auch als Reagens und Aufschlussmittel für geschwefelte Erze und analoge Verbindungen.

1) Borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + 10\text{H}_2\text{O}$) entwässert sich beim Schmelzen unter Aufblähen; die Borsäure treibt in der Gluthitze andere Säuren aus und gibt mit Metallen schmelzbare Verbindungen, welche mit borsaurem Natrium besonders leicht schmelzbare Doppelsalze der Metaborate liefern; z. B. $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + \text{CuO} = \text{Cu}[\text{BO}_2]_2 + 2\text{NaBO}_2$.

2) Phosphorsalz ($\text{H}[\text{NH}_4]\text{NaPO}_4$) verliert in der Hitze Wasser und Ammoniak und wird zu metaphosphorsaurem Natrium (NaPO_3), welches Metalloxyde klar löst; z. B. $\text{NaPO}_3 + \text{CuO} = \text{NaCuPO}_4$.