

Asche, was ein sicheres Zeichen dafür ist, dass der Petroleumäther von der Seifenlösung nur minimale Seifenmengen aufzunehmen imstande war.

Wird die alkohol-wässrige Seifenlösung nach einem Tage abgezogen, filtriert, mit Wasser verdünnt, in der üblichen Weise mit Äther ausgewaschen u. s. w., so ergibt sich, dass bei der obigen Schnellmethode nur ganz unbedeutende Mengen von Unverseifbarem in der Seifenschicht zurückbleiben, welcher Umstand wohl dem Gleichgewichtszustande der Lösungsfähigkeit der beiden Flüssigkeitsschichten zuzuschreiben ist und bei einer Schnellmethode nicht berücksichtigt zu werden braucht.

Zur Bestimmung der Kohlensäure in Mineralien und Gesteinen.

Von

Leon H. Borgström.

Eine Serie Bestimmungen des Kohlensäuregehalts von Skapolith, die nach der gewöhnlichen Methode für Kohlensäurebestimmung in Gesteinen durch Kochen des Mineralpulvers mit Salzsäure und Auffangen der ausgetriebenen Kohlensäure ausgeführt wurde, ergab bedeutende Gehalte, gewöhnlich von einigen Prozenten Kohlendioxyd. Die Analysenresultate derselben Probe waren jedoch oft schwankend, und es wurde beobachtet, dass die Aufschliessung sehr langsam oder sogar unvollständig war. Seit altersher ist ja auch bekannt, dass wohl die kalkreicheren, nicht aber die kalkarmen Skapolithe durch Säuren zerlegt werden.

Ein Zusatz von ein wenig Fluorwasserstoffsäure zur Säuremischung im Kohlensäureentwicklungsgefäß bewirkte eine schnelle Zerlegung des Skapolithmaterials, so dass öfters nach 10—15 Minuten langem Erwärmen bis zum Sieden eine klare Lösung entstanden war. Dabei wurde die Kohlensäure selbstverständlich schnell und vollständig ausgetrieben.

Die Methode hat keine anderen Übelstände, als dass der Glaskolben, in welchem die Aufschliessung geschieht, von der Fluorwasserstoffsäure angegriffen wird. Da aber die sehr dünnwandigen Erlenmeyerkolben, die bei den vorliegenden Analysen verwendet wurden, 8 bis 10 Analysen aushielten, ehe ein Loch entstanden war, ist es wahrscheinlich, dass zum Beispiel gewöhnliche Rundkolben, die viel dickere Wände haben, für 10 Analysen gebraucht werden können.

Folgende Versuche zeigen die Ergebnisse der nach der neuen Methode ausgeführten Kohlensäurebestimmungen im Vergleich mit den nach der üblichen Methode erhaltenen:

Fundort des Skapolithes	Nach 40 Minuten langem Erwärmen mit 50 <i>ccm</i> HCl ¹⁾	Nach weiteren 40 Minuten unter Erwärmen derselben Probe und Zusatz von 30 <i>ccm</i> HF ²⁾	Summe
	CO ₂ 0/0	CO ₂ 0/0	CO ₂ 0/0
Laurinkari	2,00	1,11	3,11
Passau	2,30	0,60	2,90
Malsjö	2,29	1,89	4,18
Arendal	1,08	1,46	2,54

Um zu konstatieren, ob bei den Versuchen keine Fluorverbindungen entwickelt werden, die von der Kalilauge des Kohlensäureapparats absorbiert werden könnten, wurde zuerst eine Bestimmung der Kohlensäure in 100 *mg* Kalziumkarbonat ausgeführt, die genau die berechneten Werte ergab. Darauf wurde 1 *g* Labrador mit Salzsäure und Flusssäure behandelt, wobei die Auflösung beinahe vollständig war, und der Kohlensäureabsorptionsapparat nur um 0,8 *mg* zunahm, was 0,08 0/0 entsprechen würde. Ein zweiter Versuch gab ein ähnliches Resultat.

Bei einer dritten Probe wurden 0,5 *g* Olivin und 0,5 *g* Labrador zuerst eine halbe Stunde mit Salzsäure erwärmt, wobei das Olivin zerlegt wurde und das Kohlensäureabsorptionsgefäß um 1,2 *mg* zunahm, darauf wurde eine halbe Stunde mit Salzsäure und Flusssäure behandelt, wobei das Absorptionsgefäß um 1,6 *mg* zunahm, was zusammen 0,28 0/0 Kohlendioxyd ausmacht. Dieser geringe Gehalt an Kohlendioxyd ist wohl nur ein scheinbarer, da das Absorptionsgefäß, wenn Salzsäure allein oder zusammen mit Flusssäure im Kohlensäureentwickler im Sieden erhalten wurde, eine ähnliche Zunahme an Gewicht zeigte, auch wenn gar kein Mineralpulver zugegeben wurde. Es ist nicht unwahrscheinlich, dass diese kleinen Kohlensäuremengen vom Chlorkalziumrohr herkommen konnten, denn dieses wurde wie üblich vor dem Gebrauch mit Kohlensäure ge-

¹⁾ Im ersten Versuch 1 Teil Salzsäure (spezifisches Gewicht 1,12) auf 2 H₂O. in den folgenden 1 Teil Salzsäure auf 4 H₂O.

²⁾ Ein Teil konzentrierter Flusssäure (40-prozentig) auf 4 H₂O.

sättigt. Wenn das Chlorkalziumpräparat zum Teil basisch gewesen war, was sehr wahrscheinlich ist, wurde hierbei Karbonat gebildet, welches wieder durch Säuredämpfe, die der Luftstrom während der Analyse mitreissen könnte, zerlegt wurde. Es scheint darum zweckmäßiger zu sein, die basischen Teile eines Chlorkalziumpräparates, das für Kohlensäurebestimmungen verwendet werden soll, durch Salzsäuregas zu zerstören.

Die Brauchbarkeit der neuen Methode zeigt sich auch durch die Übereinstimmung folgender drei Analysen des Skapolithes von Laurinkari.

963,6 mg	gaben mit HCl + HF	28,4 mg CO ₂	= 2,95 %
1457,5	< < < <	45,5	< < = 3,11 %
2453,0	< < < <	76,5	< < = 3,12 %

Zum Vergleich wurde eine Bestimmung der Kohlensäure im Skapolith von Laurinkari durch Glühen einer Mischung von Skapolith und Bleioxyd im Verbrennungsrohr ausgeführt, wobei 596,0 mg 3,37 % gaben, und eine Bestimmung durch Erhitzen von 748,0 mg Skapolithpulver (ohne Zusatz) im Platinschiffchen und im Quarzglasrohr mit der Gebläseflamme, wobei 3,57 % erhalten wurden. Die möglichen Fehlerquellen, im ersten Falle ein eventueller Gehalt von Kohlendioxyd im Bleioxyd (trotz des vorausgehenden Glühens), im zweiten Falle eine Zerlegung von Sulfaten oder Chloriden durch die grosse Hitze, wodurch saure Dämpfe in das Chlorkalziumrohr gelangen konnten, so dass aus dem mit Kohlensäure behandelten Chlorkalzium etwas Kohlensäure ausgetrieben wurde, machen es wahrscheinlich, dass die untereinander gut übereinstimmenden Bestimmungen durch Aufschliessen mit Salzsäure und Flusssäure die richtigeren sind.

Das Verhalten der Skapolithe bei der bis jetzt üblichen Methode für Kohlensäurebestimmung in Gesteinen muss natürlich berücksichtigt werden bei der Analyse aller solchen Gesteine, die nicht sicher frei von Skapolith sind. In allen Fällen, wo Skapolith vorhanden ist, ist die Methode, nach welcher die Kohlensäure durch Salzsäure ausgetrieben wird, zu verwerfen und durch die hier geschilderte Methode zu ersetzen. Die letztere hat auch bei der Analyse von anderen Silikatgesteinen den Vorteil, eine vollständigere Aufschliessung des Materials zu bewirken.