

Über die Qualität der Dioxyde des Siliciums und Titans, wie sie während der Silikatanalyse in Erscheinung treten

Autor(en): **Jakob, J. / Brandenburger, E.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Schweizerische mineralogische und petrographische Mitteilungen
= Bulletin suisse de minéralogie et pétrographie**

Band (Jahr): **28 (1948)**

Heft 2

PDF erstellt am: **16.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-23065>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern. Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Über die Qualität der Dioxyde des Siliciums und Titans, wie sie während der Silikatanalyse in Erscheinung treten

Von *J. Jakob* und *E. Brandenberger*, Zürich

Die im Verlaufe einer chemischen Gesteinsanalyse auftretenden Dioxyde des Siliciums und Titans zeigen in ihrem chemischen Verhalten, und zwar hauptsächlich hinsichtlich Fluorwasserstoffsäure, derart interessante Erscheinungen, dass es geboten war, diese Stoffe einmal in bezug auf ihre Kristallstruktur zu untersuchen. Es sind vor allem die folgenden Verhaltensweisen, welche die Aufmerksamkeit immer wieder auf sich lenken.

1. *Siliciumdioxyd*, allgemein als *Kieselsäure* bezeichnet. Es ist jedem Analytiker geläufig, dass die durch Aufschliessen mit Soda und nachheriges Lösen mit Salzsäure aus einem Silikat oder silikatischen Gestein abgeschiedene Kieselsäure entweder feucht, oder auf dem Wasserbad getrocknet, oder gar über dem Gebläse geglüht, von Fluorwasserstoffsäure in Gegenwart von etwas Schwefelsäure spielend leicht gelöst wird, und zwar vollständig. Weniger bekannt dürfte hingegen die Tatsache sein, dass das Mineral Quarz gegen Fluorwasserstoffsäure sehr widerstandsfähig ist, auch wenn dasselbe noch so fein gepulvert ist. Aus diesen Verhaltensweisen müssen wir schliessen, dass die im Gange der Analyse auftretende Kieselsäure keinesfalls Quarz sein kann. Was ist sie dann?

2. *Titandioxyd*, als *Meta-Titansäure* bezeichnet. Der noch wenig geübte Analytiker ärgert sich nur zu oft, wenn er nach dem Eindampfen des mit Salzsäure gelösten Soda-Aufschlusses beim Abfiltrieren der abgeschiedenen Kieselsäure konstatiert, dass die salzsaure Lösung trübe durchs Filter geht. Durch das Eindampfen der salzsauren Lösung zur absoluten Trockene wird eben ein grosser Teil des enthaltenen Titans in Form von sogenannter Meta-Titansäure abgeschieden und ist nun durch keine Mineralsäure, ausser Fluorwasserstoffsäure, mehr in Lösung zu bringen. Wenn man für das Ein-

dampfen der salzsauren Lösung des Soda-Aufschlusses eine Platinschale verwendet hat, dann kann man leicht erkennen, dass der Schalenboden bunte Anlauffarben aufweist, die mit einigen Tropfen Fluorwasserstoffsäure glatt wieder zum Verschwinden gebracht werden. Der gleiche äussert feine Niederschlag bildet sich zum Beispiel auch, wenn man eine an Titan reiche Lösung, vornehmlich eine schwefelsaure Lösung, kocht. Der lang vor dem Sieden an der Gefässwandung erscheinende weisse Anflug kann nur durch Fluorwasserstoffsäure gelöst werden. Was haben wir uns unter dieser Meta-Titansäure vorzustellen, welche Kristallstruktur kommt diesem schwerlöslichen Niederschlag zu?

Um die Frage nach der Qualität dieser genannten Dioxyde zu beantworten, wurden hinreichende Mengen dieser Stoffe möglichst rein hergestellt und röntgenometrisch untersucht.

1. Darstellung reiner Kieselsäure. Etwa 1 Gramm gepulverten Quarzes wurde in einem Platintiegel mit reichlich viel Soda aufgeschlossen. Die erkaltete Schmelze wurde sodann in einer geräumigen Platinschale mit Wasser und Salzsäure herausgelöst und die erhaltene Lösung auf dem Wasserbade zur absoluten Trockene eingedampft. Die trockenen Salze wurden mit heissem salzsäurehaltigem Wasser aufgenommen und die ausgeschiedene Kieselsäure abfiltriert. Die im Filter zurückgehaltene Kieselsäure wurde nun mit Wasser etwas gewaschen und dann in die Platinschale zurückgespült und auf dem Wasserbade getrocknet. Nun wurden die trockenen Kieselsäureknollen mit Hilfe eines Achatpistills sorgfältig zerdrückt und möglichst fein gepulvert, um ein weitgehendes Auswaschen von Alkalien zu ermöglichen. Jetzt wurde erneut mit heissem salzsäurehaltigem Wasser aufgenommen und die Kieselsäure abfiltriert, worauf der Filterinhalt sechsmal gründlich mit Wasser gewaschen wurde. Die nun hinreichend von Alkalien befreite Kieselsäure wurde wieder in die gut ausgespülte Platinschale zurückgespült und auf dem Wasserbade, also bei maximal 100 Grad C, getrocknet.

Eine Probe dieser bei 100 Grad getrockneten Kieselsäure wurde in einen Platintiegel gebracht und während 30 Minuten am Gebläse geglüht.

2. Darstellung der Meta-Titansäure. Um das Titan-dioxyd vollständig frei von Kieselsäure zu bekommen, und ohne dass dadurch das für die Silikatanalyse normale Aufschlussverfahren umgangen werden muss, gingen wir aus von dem Mineral Ilmenit. Etwa 1 Gramm gepulverter Ilmenit wurde im Platintiegel mit Soda aufgeschlossen. Die erstarrte Schmelze wurde sodann mit Wasser und

Salzsäure in einer Platinschale herausgelöst, worauf die Lösung auf dem Wasserbad zur absoluten Trockene eingedampft wurde. Der trockene Rückstand wurde mit heissem salzsäurehaltigem Wasser aufgenommen und die Lösung durch ein dichtes Filter (Nr. 590) gegossen. Platinschale und Filter wurden nun mehrere Male mit Wasser gut ausgespült, worauf der Filterinhalt in die Platinschale zurückgespült und hernach auf dem Wasserbade, also bei maximal 100 Grad C, getrocknet wurde. Die durchs Filter gegangenen kolloidalen Mengen konnten hierbei ohne Schaden vernachlässigt werden.

Eine Probe der bei 100 Grad getrockneten Meta-Titansäure wurde in einen Platintiegel gebracht und während etwa 30 Minuten über gutem Gebläse geglüht.

Die in der angegebenen Weise zubereiteten Substanzen ergaben bei der röntgenometrischen Untersuchung folgende Resultate.

1. K i e s e l s ä u r e, bei maximal 100 Grad getrocknet:
Diese Zustandsform erwies sich als vollständig amorph (sog. röntgenamorph).
2. K i e s e l s ä u r e, während 30 Minuten am Gebläse geglüht:
Diese Form des Dioxydes hat sich als Cristobalit erwiesen.
3. M e t a - T i t a n s ä u r e, bei maximal 100 Grad getrocknet:
Diese Substanz besteht aus deutlich fehlgebauten Kristallen von Rutil, und zwar von mittleren linearen Abmessungen im Gebiete von 10^{-6} bis 10^{-7} cm.
4. M e t a - T i t a n s ä u r e, während 30 Minuten am Gebläse geglüht:
Diese Zustandsform besteht aus normal gebauten Kristallen von Rutil.

Interessant ist besonders auch die Feststellung, dass die beiden andern Titandioxyde, Brookit und Anatas, offenbar bei diesen chemischen Vorgängen keine Rolle spielen. Unter Meta-Titansäure haben wir somit sehr feinkörnigen Rutil zu verstehen, der wegen seiner Feinkörnigkeit durch Fluorwasserstoffsäure leicht gelöst werden kann.

Mineralogisch-Petrographisches Institut der Eidg. Techn. Hochschule.

Eingegangen: Juni 1947.