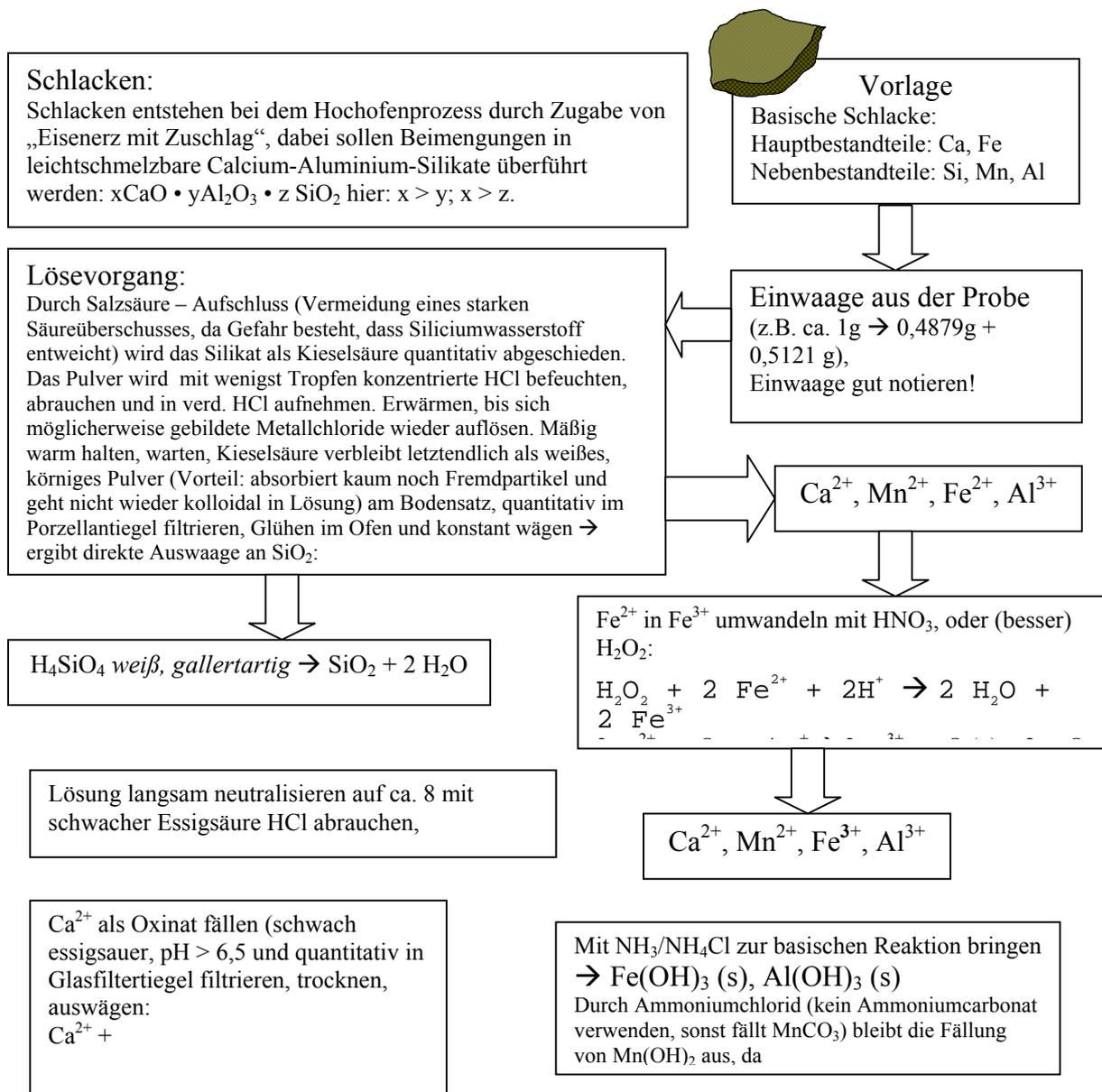


Gesteinsanalyse: basische Schlacke

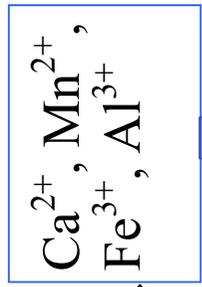


Vorlage
Basische Schlacke:
 Hauptbestandteile (>10%): Ca, Fe
 Nebenbestandteile (1 – 10%): Si, Mn, Al

Einwaage aus der Probe
 (z.B. ca. 1g → 0,4879g +
 0,5121 g),
 Einwaage gut notieren!

Lösevorgang:
Saurer – Aufschluss mit Königswasser, zunächst Vermeidung eines starken Säureüberschusses, da Gefahr besteht, dass Siliciumwasserstoff entweicht; es wird das Silikat als Kieselsäure quantitativ abgeschieden. Zunächst kalt, Abscheidung der Kieselsäure als **Hydrogel** (durchlässig für Säuren und Salze). Anschließendes **Unlöslichmachen** der Kieselsäure. Anschließend: gelindes bis mäßiges Erwärmen, bis sich möglicherweise gebildete Metallchloride wieder auflösen. Mäßig warm halten, warten, Kieselsäure verbleibt letztendlich als weißes, körniges Pulver (Vorteil: absorbiert kaum noch Fremdpartikel und geht nicht wieder kolloidal in Lösung) am Bodensatz, quantitativ im Porzellantiegel filtrieren oder aschefreies Filter (Veraschung), Glühen im Ofen und konstant wägen → ergibt direkte Auswaage an **SiO₂**: Achtung: Filter **feucht veraschen**, da beim Verglühen leicht verstäubbar. Kieselsäure ist **stark hygroskopisch**, Wägen mit Deckel nach Austarieren der Waage!

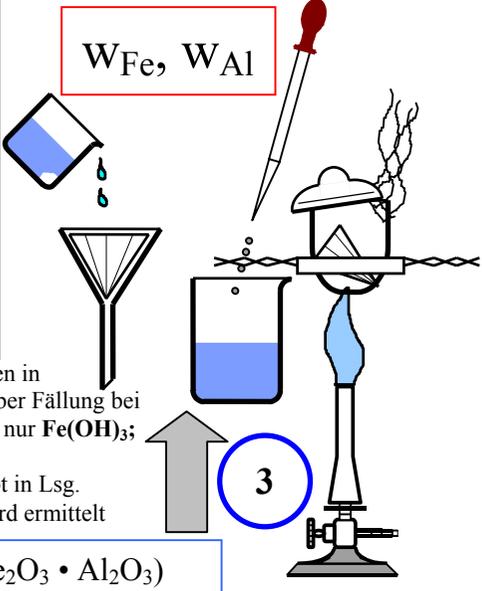
Björn Schulz, Berlin, 010602



2

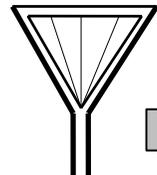
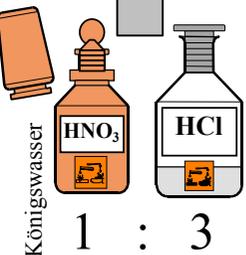
Alkalischer Sturz:
 Es Sollen Fe und Al abgetrennt werden:
 Auf pH = 6, mit NaOH/NH₃ bringen, es fallen aus: **Fe(OH)₃** und **Al(OH)₃**, Mn(OH)₂ fällt erst bei pH > 7, Abfiltrieren, Zugabe von NH₃NO₃, kein NH₃CO₃! erforderlich (Pufferwirkung) sowie Verhinderung einer zu früh einsetzenden Mn-Fällung; Nd. alkalisch waschen (pH = 6)

Kochen des Nd.



Erneutes Auflösen in Königswasser, aber Fällung bei pH = 12, Es fällt nur **Fe(OH)₃**; → **Fe₂O₃** [Al(OH)₄]⁻ bleibt in Lsg. Differenz Δw wird ermittelt

w(Fe₂O₃ · Al₂O₃)



Veraschen und Glühen bei 6-700°C
 → Al₂O₃, Fe₂O₃

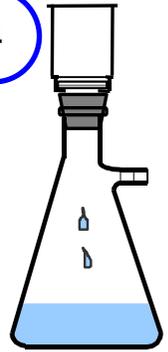
Mn²⁺; Ca²⁺

4

Fällung von **Calciumoxalat**:
 Abrauchen / Eindampfen, Zugabe von NH₄Cl, schwach salzsauer machen, Kochen, Zugaben von Oxalsäure, H₂C₂O₄ u. NH₃ · aq, Umfällung → gravimetrischen Bestimmung von CaC₂O₄ im Glasfiltertiegel

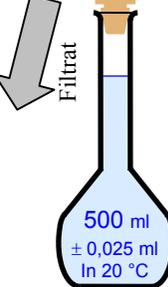
W_{Mn}

W_{Ca}



Kolorimetrische Mn-Bestimmung:
 Zugabe von H₂SO₄, bis zur sauren Reaktion, AgNO₃ (als Kat), Ammoniumpersulfat, (NH₄)₂S₂O₈ sowie ggf. H₂O₂, Kochen, weitere Zugabe bis die Färbung sich nicht mehr vertieft. Ansetzen von Referenzsubstanzen, durch Einwägen und Lösen von umgefällten / reinen Permanganat.

5



Notwendige Fällungsdiagramme:

