

Eine Erweiterung der Suspensionsmethode zur Bestimmung des spezifischen Gewichts.

Von Ernst Sommerfeldt.

1. Suspensionsmethode ohne Schwimmer.

Ein Mangel der Suspensionsmethode bestand bisher darin, daß sie ziemlich kompliziert für solche Substanzen sich gestaltete, die spezifisch schwerer als 3,6 sind. Denn diejenigen Scheideflüssigkeiten, die schwerer als 3,6 sind, gestatten entweder nur bei Erhöhung der Temperatur (z. B. Thalliumquecksilbernitrat) ihre Anwendung, oder sie sind undurchsichtig (wie Zinnjodid-Bromarsen, welches überdies noch sehr zur Ausscheidung fester Körner neigt und höchst giftig ist). Da man meist den Wert des spezifischen Gewichts bei Zimmertemperatur zu wissen wünscht und da in undurchsichtiger Flüssigkeit sich der Moment des Schwebens nur sehr ungenau beobachten läßt, so bildet 3,6 wirklich die obere Grenze für die verwendbaren Suspensionsflüssigkeiten in der Praxis.

2. Suspensionsmethode mit Schwimmer.

a) Historisches.

Daher wendet man für Substanzen mit höherem spezifischen Gewicht (falls man nicht die Suspensionsmethode überhaupt zugunsten eines anderen Verfahrens verläßt) einen „Schwimmer“ an. Das Prinzip der Schwimmermethode war bereits vor THOULET'S diesbezüglicher Publikation (Bull. Soc. Min. Fr. 1879. 2. 189) bekannt und findet sich schon in den älteren Auflagen von KOHLRAUSCH'S praktischer Physik vollständig beschrieben, wo auch die später zu erwähnende Formel bereits ausgerechnet zu finden ist. Daher darf THOULET höchstens die erste Anwendung der Methode für mineralogische Zwecke, nicht aber die volle Priorität zugestanden werden, welche z. B. WÜLFING für THOULET annimmt (WÜLFING-ROSENBUSCH, Mikroskop. Physiographie. I. 1. p. 46).

b) Aluminium als Material für Schwimmer.

Bisher scheint nun als Material für den Schwimmer außer organischen Stoffen nur Glas verwandt worden zu sein. Die organischen Stoffe (Wachs, Paraffin und verschiedene Fette) haben sich hauptsächlich deshalb wenig bewährt, weil sie schon bei dem erforderlichen Zusammendrücken mit dem Mineral ihr spezifisches Gewicht ändern, so daß der Auftrieb, welchen der Schwimmer bewirkt, sich nicht genau feststellen läßt.

Unter den anorganischen Stoffen erscheint mir Aluminiumdraht am vorteilhaftesten als Material für den Schwimmer verwendbar, und zwar ist es zweckmäßig, sich einen Gewichtssatz

von Bruchteilen eines Grammes (also etwa 0,5, 0,2, 0,2, 0,1, 0,05 etc.) zu beschaffen, dessen einzelne Gewichtsstücke in der erforderlichen Weise gebogen sind, nämlich entweder zu Hakenform — abgebildet in WÜLFING-ROSENBUSCH, Mikroskop. Physiogr. I. 1. p. 47. Fig. 21 — oder zu einer Spiralkonus-Form. In letztere läßt sich fast jedes Mineralbruchstück von geeigneter Größe festklemmen. Aluminium ist empfehlenswerter als Magnesium, welches zwar den Vorteil eines geringeren spezifischen Gewichts besitzt, aber viel leichter chemisch angreifbar und an der Luft oxydierbar ist.

Die Genauigkeit der Bestimmung wird um so größer, je kleiner der Schwimmer im Verhältnis zum Mineralkorn gewählt werden kann, was schon WÜLFING (l. c. p. 48) hervorhebt, so daß Magnesiumdraht den Vorzug verdienen würde, wenn er nicht den oben erwähnten Übelstand des inkonstanten Gewichts besäße. Vielleicht ist Magnalium empfehlenswert, Versuche hierüber habe ich nicht angestellt.

c) Wahl der Suspensionsflüssigkeit.

Auch bei der Wahl der Suspensionsflüssigkeiten wird man zweckmäßigerweise daran denken müssen, daß der Schwimmer durch diese auch nicht spurenweise angegriffen werden sollte, da andernfalls durch oftmaliges Wägen des Schwimmers unnütze Mühe erwächst. Selbstverständlich darf man quecksilberhaltige Suspensionsflüssigkeiten bei der Anwendung metallener Schwimmer gar nicht gebrauchen, man wird vielmehr sein Augenmerk auf die organischen Flüssigkeiten richten. Glücklicherweise ist Methylenjodid ganz unbedenklich, solange es nicht freies Jod enthält.

Nun empfiehlt es sich in allen Fällen, das angeschiedene Jod zu beseitigen, da dieses nicht nur Gefahr für den Schwimmer mit sich bringt, sondern auch die Durchsichtigkeit der Flüssigkeit beeinträchtigt und folglich die Beobachtung erschwert und ungenau macht. Übrigens tritt bei genügender Vorsicht (Aufbewahrung im Dunkeln, solange die Lösung nicht benutzt wird, Anwendung gut schließender, nicht zu fettender Glasstopfen, Vermeidung von Kork- oder Gummistopfen) die Bildung freien Jods überhaupt kaum ein; ferner existiert ein sehr einfaches Verfahren, welches Lösungen von Methylenjodid, die durch Jod brunn geworden sind, zu entfärben gestattet.

Man braucht nur minimale Mengen von festem Natriumthiosulfat oder Natriumsulfid der Lösung hinzuzufügen, um völlige Entfärbung zu erzielen, und zwar tritt diese bei geringem Jodgehalt nach kurzer Zeit ein, bei größerem Jodgehalt nach mehreren Stunden; die Reaktion kann durch Erhitzen der Lösung beschleunigt werden.

Diese einfache Methode teilte ich bereits früher in einer petro-

graphischen Arbeit über die Basalte des Bakonywaldes mit; da das Sammelwerk über die Plattenseeegend, in welcher diese Publikation erschienen war, vielleicht nicht allen Lesern dieser Abhandlung bequem zugänglich ist, möge die Wiederholung entschuldigt werden.

Ebenso unbedenklich wie Methylenjodid ist auch Acetylen-tetrabromid und Aethylenbromid, die Mitverwendung dieser Substanz als Suspensionsflüssigkeit möchte ich aus einem im späteren Verlauf dieser Mitteilung ersichtlichen Grunde empfehlen.

d) Vereinfachung der Berechnung.

Lag der erste Grund für die geringe Verwendung der Schwimmermethode in dem bisher komplizierten Gebrauch dieses Hilfskörpers, so ist als zweiter Grund die Kompliziertheit der Rechnung zu bezeichnen, indem die anzuwendende Formel nicht diejenige Einfachheit besaß, welche für eine so elementare Bestimmung wie die der Dichte wünschenswert ist. Auch hierfür möchte ich eine Vereinfachung angeben: Die bisher benutzte Formel (vergl. WÜLFING-ROSENBUSCH, a. a. O. p. 46) lautet:

$$d = \frac{D}{1 - \frac{g_1}{g} \left(\frac{D}{d_1} - 1 \right)}$$

falls d die Dichte des zu untersuchenden Mineralkorns bedeutet und D das spezifische Gewicht der Suspensionsflüssigkeit ist (natürlich kommt ihm das spezifische Gewicht des Systems Mineralkorn + Schwimmer gleich); falls ferner unter g das absolute Gewicht des Mineralkorns, unter g_1 das absolute Gewicht des Schwimmers verstanden wird.

Eine wesentliche Vereinfachung der Formel läßt sich nun dadurch erzielen, daß der Bedingung $g = g_1$ empirisch genügt wird, denn alsdann lautet die Gleichung:

$$d = \frac{D}{2 - \frac{D}{d_1}}$$

und die Berechnung ist kaum komplizierter als die für eine gewöhnliche Dichtebestimmung notwendige Rechnung.

e) Ausführung der Dichtebestimmung.

1. Bei reichlich vorhandenem Material.

Der Bedingung $g = g_1$ kann man in den meisten Fällen dadurch genügen, daß man beim Wägen der Ausgangssubstanz das Einspielen der Wage nicht durch Verändern der Gewichtsstücke, sondern durch Veränderung des Mineralkorns bewirkt; man lege nur ein Gewichtsstück auf die Wage, meist ist 0,2 g zweckmäßig,

wähle alsdann ein solches Mineralkorn, welches möglichst gleich, aber jedenfalls nicht kleiner als das Gewichtsstück (0,2 g) ist und mache durch Abschaben oder ähnliche Operationen das Mineralkorn genau gleich 0,2 g.

Nun vereinige man den 0,2 g wiegenden Schwimmer (den man, um Versuchsfehler möglichst einzuschränken, bei der eben beschriebenen Wägung bereits als Gewichtsstück benutzt haben kann) mit dem Mineralkorn und bewirke durch Verdünnen der spezifisch schweren Flüssigkeit das Schweben.

2. Bei wertvollen Mineralien, deren Zerkleinern unstatthaft ist.

Bei Edelsteinen, die entweder poliert sind oder vielleicht auch schon ihrer Härte wegen ein Abschaben erschweren, sowie in allen Fällen, in denen nur sehr wenig Ausgangsmaterial vorhanden ist, hat man das Abschaben, Abzwicken etc. zu unterlassen und muß durch Verändern der Gewichtsstücke das Einspielen der Wage bei der Bestimmung des absoluten Gewichts vornehmen. Da ja aber ein ganzer Satz von Schwimmern vorgesehen war und ihre Form so gewählt war, daß der eine Schwimmer mit dem anderen bequem verhaakt werden kann, so kann im Prinzip stets der Bedingung $g = g_1$ genügt werden; in der Praxis jedoch ist das Verfahren nur einfach, wenn man zufälligerweise mit zwei oder höchstens drei Gewichtsstücken und folglich auch Schwimmern auskommen kann. Ist die Zahl derselben größer, so wird man auf die Einhaltung der Bedingung $g = g_1$ lieber verzichten. Auch derjenige Versuchsansteller, welcher die Voraussetzungen für ein Minimum der möglichen Versuchsfehler peinlichst gewahrt wissen will, hat anders zu verfahren, als es die Bedingung $g = g_1$ vorschreibt. Er wird nicht durch Verdünnen der Suspensionsflüssigkeit das Schweben bewirken, sondern er wird feststellen, durch welches Schwimmergewicht die Suspension des Mineralkorns in der spezifisch schwersten anwendbaren Flüssigkeit (reinem Methylenjodid) erzielt wird. Denn ein Beobachter, der so verfährt, wendet offenbar das kleinstmögliche Schwimmergewicht an, nähert sich am meisten der reinen Suspensionsmethode und drückt folglich die durch den Schwimmer hereingebrachten Versuchsfehler auf ein Minimum herab.

Selbstverständlich kann dieses Verfahren auch mit dem vorher beschriebenen kombiniert werden, d. h., wenn die Zahl der zum genauen Schweben notwendigen Schwimmer unbequem groß wird, so ist es zweckmäßig, nur mehr oder weniger annähernd das Mineralkorn durch Schwimmer demjenigen der schwersten Suspensionslösung gleichzumachen und den Rest der Abweichung durch Veränderung der Suspensionslösung selbst zu kompensieren.

f) Eine Skala von Suspensionslösungen.

1. Vergleich mit dem Verfahren der willkürlichen Verdünnung.

Es scheint mir empfehlenswert, die genannte Veränderung der Suspensionslösung nicht durch Verdünnen während des Versuchs zu bewirken, sondern dadurch, daß man von vornherein eine Skala von Lösungen verschiedenen spezifischen Gewichts in Vorrat hält, oder anders ausgedrückt: dadurch, daß man das Verdünnen im voraus in genau bekanntem Betrage ausgeführt hat. Jeder, der mit spezifisch schweren Flüssigkeiten regelmäßig gearbeitet hat, weiß, daß das Eindampfen oder Destillieren (bei den organischen kommt vorzugsweise letzteres in Betracht) zeitraubend und mit Verlusten verbunden ist. Auch kann man die Dichtebestimmung selbst weit schneller ausführen, wenn man das Mineralkorn nur aus einer Lösung in die andere bringt, als wenn man die Lösung in einem erst nachher zu bestimmenden Grade verdünnt. Dazu kommt noch folgender Umstand: Solange eine Regenerierung des Methylenjodids notwendig ist, empfiehlt es sich, zum Verdünnen eine leicht siedende Flüssigkeit, wie Benzol, zu nehmen, da hierdurch das Abdestillieren der Verdünnungsflüssigkeit sehr erleichtert wird und eventuell der Einfachheit halber ein Verjagen derselben in die freie Luft erlaubt werden kann, ohne zu große Verluste an Methylenjodid zu befürchten. So leicht siedende Flüssigkeiten neigen aber auch während des Versuchs selbst zum Verdampfen, es besteht also eine wesentliche Fehlerquelle darin, daß im Moment der Suspension die Lösung reicher an Benzol sein kann als in dem Zeitpunkt, in welchem man nachher ihr spezifisches Gewicht bestimmt. Verwendet man Flüssigkeitsskalen, so fällt dieser Fehler fort, denn es liegt kein Grund dafür vor, leicht verdampfbare Flüssigkeiten zum Verdünnen zu verwenden, vielmehr verwendet man Verdünnungsflüssigkeiten, deren Siedepunkt demjenigen der spezifisch schweren Flüssigkeit (Methylenjodid) ungefähr gleichkommt, dann ist ein Verdampfen während des Versuchs kaum zu befürchten, falls es aber bei unvorsichtigem Operieren dennoch einträte, würde es dennoch nicht zu einer so großen Konzentrationsverschiebung führen wie bei Anwendung von Benzol, vielmehr würden Lösungsmittel und gelöster Stoff ungefähr in gleichem Verhältnis verdampfen.

2. Frage nach den Anschaffungskosten.

Als Übelstand könnten höchstens die höheren Anschaffungskosten gelten, aber auch dieser Übelstand läßt sich vermindern; denn man braucht nur für spezifische Gewichte, die höher als 3 sind, das allerdings ziemlich teure Methylenjodid zu verwenden; für geringere spezifische Gewichte kann man entsprechend dem

bekanntem Vorschlag MUTTMANN's das billige Acetylentetrabromid benutzen. Auch scheint bisher nicht beachtet zu sein, daß durch Wahl eines zweckmäßigeren Verdünnungsmittels sich eine Verbilligung erzielen läßt. Je höher das spezifische Gewicht der Verdünnungsflüssigkeit ist, um so mehr muß man von ihr dem Methylenjodid zusetzen, um die Dichte des letzteren um z. B. eine Einheit der ersten Dezimale herabzudrücken, man erhält daher ein größeres Volumen bei Verwendung einer schweren als bei Verwendung einer leichten Flüssigkeit; es ist also zweckmäßig, eine Verdünnungsflüssigkeit, die ein nicht zu geringes spezifisches Gewicht besitzt, zu verwenden.

3. Empfehlung des Aethylenbromids.

Beachtenswert als Verdünnungsflüssigkeit ist das Aethylenbromid, denn erstens ist sein spezifisches Gewicht hoch, nämlich 2,18—2,19, zweitens sein Siedepunkt hoch, nämlich ca. 130° C., drittens ist es mit Acetylentetrabromid in jedem Verhältnis mischbar und beständig, endlich ist es billig. Da der Siedepunkt des Acetylentetrabromids bei 137° (für 36 mm Quecksilberdruck bestimmt) liegt, so ist nicht zu befürchten, daß durch Verdampfung in einem Gemisch der beiden Bromide sich das Konzentrationsverhältnis während eines Versuchs ändern könne.

g) Bemerkung über schwere Schmelzen.

Der Theoretiker möchte vielleicht glauben, daß die Verwendung schwerer Schmelzen vor der Schwimmermethode den Vorzug verdiene, indem z. B. schon BRÉON 1880 den Vorschlag machte, durch Gemische von Chlorzink und Chlorblei für die zwischen 2,4 und 5,0 liegenden spezifischen Gewichte Suspensionsflüssigkeiten zu verschaffen. Abgesehen davon, daß z. B. die sulfidischen Erze bei den zum Schmelzen erforderlichen Temperaturen in hohem Grade zur Zersetzung neigen, ist es noch nicht hinreichend untersucht, ob nicht diese Schmelzen zum mindesten spurenweise lösend auf die meisten Mineralien wirken. Mit polierten Edelsteinen z. B. könnte man bei Anwendung dieser Methode unangenehme Überraschungen erleben, ganz besonders, wenn man die von RETGERS empfohlenen Nitrate (KNO_3 und NaNO_3) als Suspensionsschmelzen mitbenutzt. Das von BRÉON empfohlene Zinkchlorid ist überdies stark hygroskopisch und das Bleichlorid neigt durch verschiedene Umstände leicht zum Undurchsichtigerwerden des Schmelzflusses: z. B. bewirken schon geringe Staubmengen die Bildung von Blei. Der Übelstand, daß man auf diese Weise nur das spezifische Gewicht bei hoher Temperatur erlangt, kommt noch hinzu, so daß die Schwimmermethode bei weitem den Vorzug verdient.

h) Verwendung der Suspensionslösungen bei der Bestimmung von Brechungsexponenten.

Die spezifisch schweren Lösungen sind meist auch durch einen besonders hohen Brechungsexponenten bekanntlich ausgezeichnet; um nicht unnötigerweise von ähnlichen Dingen Vorräte anzuhäufen, wird man daher bestrebt sein, dieselbe Skala für die Dichtebestimmungen und für die Ermittlung des Brechungsexponenten (nach der Methode der Einbettung des Mineralkorns in eine Flüssigkeit von gleichem Brechungsexponenten) zu benutzen.

Diese Einbettungsmethode dürfte an Bedeutung gewinnen, wenn ein von CLERICI¹ hauptsächlich zur Bestimmung der Brechungsexponenten von Flüssigkeiten benutztes Verfahren auch auf Mineralien angewandt wird. CLERICI benutzt ein mit einem Strich versehenes Objektglas mit Glasring, gibt der zu untersuchenden Substanz die Form eines Prismas, dessen brechende Kante parallel dem Objektglas-Strich gestellt wird, und bestimmt aus der Ablenkung, die der Strich durch dieses Prisma erfährt, den Brechungsexponenten. In unserem Fall kommt CLERICI's Verfahren als Nullmethode in Betracht; schleifen wir aus dem zu untersuchenden Mineralkorn ein kleines Prisma², so muß die Ablenkung, welche ein auf dem Objektglas angebrachter Strich erfährt, gerade kompensiert werden durch die ihm von dem Flüssigkeitsprisma erteilte Ablenkung, falls die Brechungsexponenten beider übereinstimmen. Denn sofern man nur dafür sorgt, daß der Objektisch genau horizontal steht und das Kristallprisma mit der einen Fläche auf dem Objektglas aufliegt, hebt die Brechung, welche durch die Einbettungsflüssigkeit bedingt wird, diejenige des Kristallprismas gerade auf.

Zu diesem Verfahren wird man natürlich nur übergehen, wenn das Mineralkorn gefärbt ist, denn bei ungefärbten Mineralien ist es einfacher, das scheinbare Verschwinden oder die Interferenzlinien an der Grenze zwischen Kristall und Flüssigkeit (BECKE'sche Linien) zu verfolgen. Für gefärbte Mineralien, die ja besonders häufig sind, bereiten aber die beiden letztgenannten Methoden Schwierigkeiten, so daß gerade auf die schwierigeren Fälle die neue Methode mit Vorteil anwendbar ist.

¹ CLERICI, Rendic. dn accad. d. Linc. Rom.

² Der Winkel des Prismas braucht nicht gemessen zu werden, auch brauchen die Flächen des Prismas nicht vollkommen eben zu sein.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Centralblatt für Mineralogie, Geologie und Paläontologie](#)

Jahr/Year: 1910

Band/Volume: [1910](#)

Autor(en)/Author(s): Sommerfeldt Ernst

Artikel/Article: [Eine Erweiterung der Suspensionsmethode zur Bestimmung des spezifischen Gewichts. 482-488](#)