Digitised by the Harvard University, Download from The BHL http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

IV. Untersuchung der Lithionglimmer von Paris, Rožena und Zinnwald.

Von Dr. **Fritz Berwerth.**

Die lithiumführenden Glimmer sind wiederholt Gegenstand der chemischen Analyse gewesen. Zu einem übereinstimmenden Resultate haben aber alle angestellten Untersuchungen bisher nicht geführt, obgleich Analytiker, aus deren Händen nur anerkannt gute Arbeiten hervorgegangen sind, Mühe und Fleiss auf die Feststellung der richtigen Zusammensetzung der Lithionglimmer verwendet haben. Nach Klaproth wurde durch Ch. Gmelin, Turner, Kralovanzky, Regnault, in Rose's Laboratorium durch Lohmayer und Rosales, Stein und in neuerer Zeit durch Rammelsberg und Cooper in Bunsen's Laboratorium die Lösung dieser Aufgabe versucht. Die Differenzen, welche in den älteren Analysen in der Kieselsäure, Thonerde und dem Eisengehalte hervortraten, scheinen durch die neueren Arbeiten zu schwinden, während in den Angaben über den Gehalt der Alkalien insbesondere den des Lithiums und zum Theile den des Fluor noch wesentliche Abweichungen bestehen, welche Differenzen auf den Mangel guter Trennungsmethoden zurückzuführen sind, an welchem Mangel in erster Reihe die Lithiumbestimmung in erheblicher Weise leidet. Ich habe das Lithium als phosphorsaures Salz abgeschieden, da nach einer Prüfung von Fresenius diese Methode brauchbare Resultate liefert und den Methoden, das Lithium als kohlensaures oder schwefelsaures Salz und der indirecten Methode zu bestimmen, vorzuziehen ist. Mit welchen Mitteln den für eine quantitative Bestimmung nachtheiligen Eigenschaften des phosphorsauren Lithiums begegnet wird und welche Vorsicht bei der Wahl der Reagentien geübt werden muss, will ich bei der Darstellung des experimentellen Theiles ausführen. Bis dass vollkommene Methoden gefunden werden, zählen die Lithionglimmer daher auch fernerhin zu den schwierig zerlegbaren Silicaten.

Auch diesesmal verdanke ich der Güte des Herrn Prof. E. Ludwig die Begünstigung, die Untersuchung dieser Glimmer in seinem

Digitised by the Harvard University, Download from The BHL http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

Laboratorium ausführen zu können. Das Material, welches mit grosser Sorgfalt ausgesucht und auf seine Reinheit geprüft war, wurde mir von Herrn Prof. G. Tschermak, der mich zu dieser Arbeit veranlasste, übergeben.

Angewandte Methoden.

Gmelin Ch., Gilb. Ann. IV. 371. 1820.
dto. dto. Pogg. „ III. 43. 1825.
dto. dto. „ „ VI. 215. 1826.
Hagen Robert, Pogg. Ann. XLVIII. 361. 1839.
Rosales (H. Rose), Pogg. Ann. LVIII. 154. 1843.
Rammelsberg, Pogg. Ann. LXXXV. 544. 1852.
dto. „ „ LXXXIX. 144. 1853.
Diehl K., Ann. d. Chem. u. Pharm. CXXI. Januar-Heft. 93. 1862.
Fresenius R., Zeitschr. f. analyt. Chem. I. 42. 1862.
Schrötter, Sitz.-Ber. d. W. Ak. 2. Abth. L. Juli 1864.

Da das Lithium wegen seines niederen Atomgewichtes die chemische Formel sehr beeinflusst, so ist die möglichst genaue Bestimmung desselben in allen seinen Verbindungen der wichtigste Theil solcher Analysen, somit auch im gegenwärtigen Falle. Ich halte es daher für empfehlenswerth, die angewandten Methoden etwas eingehender, als sonst üblich, darzulegen.

Die Trennung der Alkalien von der Kieselsäure, Thonerde und dem Eisengehalte wurde auf drei verschiedenen Wegen versucht. Zweimal wurde mit über permangansaures Kali destillirter Flusssäure aufgeschlossen, das drittemal mit kohlensaurem Natron-Kali; in der alkalischen Aufschliessung sollte nur das Lithium gewonnen werden. Bei sämmtlichen Analysen kamen nur Platin- und Glasgefässe in Anwendung.

I. In der ersten flusssauren Aufschliessung (Glimmer von Maine) wurde zur Entfernung der Schwefelsäure, Thonerde und der Eisenspuren aus der salzsauren Lösung Baryt angewendet, um die Alkalien nach der allgemein gebräuchlichen Methode auszuscheiden. Nachdem der Barytniederschlag, bei welchem sich auch der überschüssige, mit kohlensaurem Ammon gefällte Baryt befand, mit einer für gewöhnlich genügenden Menge heissen Wassers durch Decantation und am Filter ausgewaschen worden war, hielt ich es für gut, die ausgewaschenen Barytniederschläge auf allenfalls von ihnen zurückgehaltenes Lithium vor dem Spectralapparat zu prüfen, dessen Flammenreaction im Spectroskop bekanntlich bis auf eine Spur von $^{9}/_{1,000\cdot000}$ Milligr. erkennbar ist. Als ich zu diesem Versuche auf einem dünnen Platindraht eine Spur des Barytniederschlages in die Bunsen'sche Flamme brachte, wurde zu meiner Ueberraschung der ganze Mantelsaum der Flamme roth gefärbt. Statt der vermutheten erst spectroskopisch erkennbaren Spur von Lithium war bei dem Barytniederschlage nach Massgabe der energischen Reaction ein Rest von Chlorlithium zurückgeblieben, dessen Menge die erlaubten Fehlergrenzen gewiss überschritt. Die Auswaschung

Digitised by the Harvard University, Download from The BHL http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

mit heissem Wasser wurde hierauf wieder begonnen und in längeren Pausen der Niederschlag auf die Anwesenheit des Lithium geprüft. Als nach mehrtägigem fortgesetzten Aufgiessen von heissem Wasser die Lithiumreaction im Barytniederschlage nicht schwächer wurde — es waren circa 20 Liter Waschwasser zum Durchlauf gebracht worden — stellte ich den Versuch, das Chlorlithium aus dem Barytniederschlage mittelst Wasser auszusaugen, als erfolglos ein. Die gleichen Erfahrungen hatte auch Diehl gemacht. — Abgesehen von den nachtheiligen Folgen so bedeutender Quantitäten Wasser für die Analyse, waren die Abdampfungsrückstände während der mehrere Tage dauernden Abdampfung in der Laboratorium-Atmosphäre sehr unrein geworden. Ich gab daher nach der gemachten Erfahrung die weitere Ausführung dieser Analyse auf und stellte die Alkalien nach Vertreibung des Chlorammoniums zur späteren Prüfung auf Rubidium und Cäsium bei Seite. — Während der Prüfung des Barytniederschlages im Spectroskop erschienen auch die Kaliumlinien mit schwacher Intensität regelmässig, welche bei dem fortgesetzten Waschen immer rascher aus dem Gesichtsfelde schwanden; sie blieben aber nie ganz aus.

Die gemachten Beobachtungen ergeben nun als Richtschnur für zukünftige Arbeiten, dass bei der Analyse der Lithionglimmer und überhaupt lithiumhaltiger Minerale der Baryt als Reagens auszuschliessen ist, sobald an die Lithiumbestimmung strenge Anforderungen gestellt werden.

II. Zum andernmale wurde in der salzsauren Lösung des durch Flusssäure aufgeschlossenen Minerals die Thonerde und das Eisen durch Ammon, Mangan durch Schwefelammon, die äusserst geringen Spuren von Kalk und Magnesia durch oxals. Ammon und Quecksilberoxyd gefällt. Diese Methode hat sich zur vollständigen Gewinnung der Alkalien, als die am meisten empfehlenswerthe gezeigt; ein Verlust an Lithium war während der Analyse nicht zu constatiren. Vorsorge muss nur bei der Fällung der Thonerde getroffen werden, da dieselbe bei dem Ausfällen ebenfalls Lithium mit niederreisst, also zu ihm ein analoges Verhalten zeigt, wie zur Magnesia. Ich fand, dass bei viermal wiederholter Auflösung und Fällung derselben im vierten Niederschlage sich vor dem Spectroskop nur eine ganz schwache Spur zu erkennen gibt und dass nach einer fünften Auflösung und Ausfällung aus diesem Niederschlage die letzte Spur des Lithium verschwunden ist. Dieses Verhalten der Thonerde und des Lithiums fand ich in vier Fällen constant.

Die Alkalien wurden als Chloride gewogen. Die Ueberführung derselben in ein anderes Salz erwies sich als überflüssig, da ich beweisen konnte, dass bei gut angewandten Vorsichtsmassregeln eine Gewichtzunahme durch Anziehen von Luftfeuchtigkeit, welche Eigenschaft das Lithium vorzüglich besitzt, nicht zu befürchten ist. Diesem Uebelstande beugte ich vor, indem der noch heisse Tiegel mit den Alkalien in ein getrocknetes, im Exsiccator aufbewahrtes, luftdicht verschlossenes Glasfläschchen mit weiter Halsöffnung gestellt und sammt demselben gewogen wurde. Ich habe gefunden, dass die Chloralkalien, auf diese Weise geschützt, während mehrerer Stunden keine Gewicht-

Digitised by the Harvard University, Download from The BHL http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

zunahme erfahren, man also nach der gewohnheitsmässigen halbstündigen Abkühlungszeit bei der Waage keinen Fehler macht. Zweimal wog ich die Chloralkalien vierundzwanzig Stunden nach der Erhitzung, und ich fand, dass im gleichen Zeitraume die Gewichtzunahme bis in die vierte Decimale gleich war. Den Unterschied im Gewicht bei einer Wägung nach $^1/_2{}^h$ und nach 24^h zeigen folgende Zahlen:

$^1/_2{}^h$ nach dem Glühen gewogen = 182·5825 Gr.
24^h „ „ „ „ = 182·5847 „

Die Gewichtvermehrung betrug nach 24^h somit 0·0022 Gr. Nahm ich die Wägung zwei bis drei Stunden nach dem Glühen vor, so war eine Zunahme an Gewicht nicht zu erweisen. Aus dem Vorstehenden erhellt, dass das Chlorlithium bei Abhaltung des Luftzutrittes sich zur Wägung eignet.

Nachdem in der stark eingeengten Auflösung der Chloralkalien das Kalium mit Platinchlorid niedergeschlagen worden, zeigte es sich, dass der Kalium-Platinniederschlag lithiumhaltig war. Eine Gewinnung des Lithiums daraus wurde aber nicht versucht. Im Filtrate des Kalium-Platinchlorids wurde das überschüssige Platinchlorid mittelst Wasserstoffgas reducirt, vom Platin abfiltrirt und in dieser Flüssigkeit nach Zusatz von wenig Aetznatron das Lithium mit phosphorsaurem Natron gefällt.

Im Nachstehenden übergebe ich einige Beobachtungen, die ich bei der Ausführung von fünf Lithiumbestimmungen machte, und sehe ich in der Mittheilung derselben einen kleinen Beitrag über das Verhalten der Löslichkeit des phosphorsauren Lithium. Wenn die zur Fällung vorbereitete Flüssigkeit mit phosphorsaurem Natron versetzt wurde, zeigte sich in derselben vorerst keine Veränderung. Erst nach geraumer Zeit trat während der Abdampfung auf dem Wasserbade allmälig Trübung ein, welcher rasch eine flockige Abscheidung des phosphorsauren Lithium folgte. Es wurde immer zur Trockne eingedampft, die rückständige Salzmasse mit einer Mischung, zu gleichen Theilen aus Ammoniak und Wasser bestehend, übergossen und zur Abscheidung des Niederschlages zwölf Stunden stehen gelassen. Der jedesmal flockig ausgeschiedene Niederschlag wurde auf dem Filter mit Ammoniakwasser ausgewaschen. Diese ganze Operation musste noch zweimal wiederholt werden und es stellte sich in den successive abgeschiedenen Portionen die Löslichkeit des phosphorsauren Lithiums folgendermassen dar:

1. Ausfällung = 0·0503 Gr. $P_2O_5 3Li_2O$.
2. „ = 0·0148 „ „
3. „ = 0·0052 „ „

Im vierten Filtrate war, nachdem es wie oben angegeben behandelt worden, nur eine sehr schwache Trübung wahrzunehmen.

Bei der zweiten Aufschliessung des Glimmer von Paris fand ich das phosphorsaure Lithium schon nach zwei Abdampfungen gänzlich ausgeschieden, und zwar in folgendem Verhältnisse:

1. Ausfällung = 0·0799 Gr. $P_2O_5 3Li_2O$.
2. „ = 0·0122 „ „

Digitised by the Harvard University, Download from The BHL http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

Die Prüfung des dritten Filtrates auf $P_2O_5 3Li_2O$ gab ein negatives Resultat.

In der Aufschliessung des Zinnwaldit geschah die Ausfällung wieder in drei Portionen, und zwar in folgendem auffälligen Verhältnisse:

1. Ausfällung	= 0·0634	Gr.	$P_2O_5 3Li_2O$.
2. „	= 0·0149	„	„
3. „	= 0 0151	„	„

Man sieht aus dieser Zahlenreihe, dass aus dem zweiten Filtrate etwas mehr als die Hälfte der ganzen Menge $P_2O_5 3Li_2O$ in das dritte Filtrat übergegangen ist. Diese Anomalie kehrte auch bei der Ausfällung des Lithium im Rožnaer Glimmer wieder. Die einzelnen Portionen schieden sich nicht annähernd im Sinne einer bestimmten Proportion ab. Diese Unregelmässigkeit in der Löslichkeit dürfte ausser in der Temperatur in der verschiedenen Menge des zugegebenen Natronsalzes zu suchen sein. In den zwei Aufschliessungen des Glimmer von Rožena summirte sich die Gesammtmenge des $P_2O_5 3Li_2O$ aus folgenden Portionen:

		A.		*B.*		
1.	Ausfällung	= 0·1202	Gr.	0·1060	Gr.	$P_2O_5 3Li_2O$.
2. u. 3.	„	= 0·0394	„	0·0122	„	„
4.	„	= 0·0136	„	0·0671	„	„
5.	„	= —		0·0109	„	„

Unter fünf Fällen verhielt sich die Löslichkeit des phosphorsauren Lithium nur zweimal gesetzmässig zu der Anzahl der Fällungen, während in den drei anderen die Abscheidung des Niederschlages gegen die Regel stattfand. Aus den gefundenen Thatsachen geht für jetzt so viel hervor, dass eine Prüfung auf gelöstes phosphorsaures Lithium im vierten, eventuell auch fünften Filtrate vorzunehmen ist.

III. Um das Lithium ohne Verlust in der fällbaren Lösung zu erhalten, wurde ein dritter Versuch angestellt. Hierbei wurde mit lithiumfreiem kohlensaurem Natron-Kali aufgeschlossen. Die mit Wasser aufgeweichte Schmelze wurde ausgewaschen und der Rückstand auf das Filter gebracht. In diesem Rückstande waren nach zwölfmaligem Aufgiessen von Wasser noch immer Spuren von Lithium zurückgeblieben. Im Filtrate wurde die Thonerde mit Ammoniak gefällt und bis zur Erhaltung der Alkalien wie im Falle II. verfahren. — Die trockenen Chloralkalien wurden in ein Kölbchen gebracht und mit absolutem Alkohol digerirt. Der Alkohol, an dessen Stelle ich zum Schlusse Aether-Alkohol anwendete, wurde zur Digestion oft erneuert. Die zusammengegossenen Filtrate wurden abgedampft und in der wässerigen, alkalisch gemachten Lösung wie früher das Lithium gefällt. Während der Auslaugung der Alkalien mit Alkohol brachte ich von Zeit zu Zeit eine Probe derselben vor das Spectroskop, in welchem die Lithiumlinie aber immer ungeschwächt auftrat. Da das Chlorlithium selbst nach einer langwierigen Digestion durch einfache Lösung von dem Chlorkalium und Chlornatrium nicht zu trennen war, kann ich die hierbei erhaltene Lithiummenge nicht in Rechnung stellen. — Dieser Versuch wurde einmal am Glimmer von Rožena gemacht.

Digitised by the Harvard University, Download from The BHL http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

IV. In der Mittheilung der Analyse des Glimmers von Juschakowa macht H. Rose die Bemerkung, dass das Natron in den Lithionglimmern ganz gewiss in vielen Fällen übersehen worden sei. Es wird nachher aber nicht angegeben, ob Rosales, welcher diese Analyse ausführte, das Natron auch wirklich in irgend einer Form zur Controle gewogen hat. Ich wage es zu behaupten, dass in vielen Analysen der Natrongehalt verschwinden würde, wenn man versucht, denselben direct nachzuweisen. Besonders Baryt schleicht sich sehr leicht in die Lösung der Alkalien, unter denen er dann unbemerkt mittelst Differenz für Natron genommen wird.

Im Glimmer von Rožena habe ich einmal versucht, das Natrium im Falle seiner Anwesenheit direct nachzuweisen. Durch die wirkliche Bestimmung desselben konnte ich ja auch das Resultat der Lithiumbestimmung controliren. Zu diesem Behufe setzte ich zu der Lösung, in welcher ich das Natrium bestimmen sollte, einige Tropfen Schwefelsäure. Hierbei erhielt ich einen Niederschlag von schwefelsaurem Baryt, dessen Gewicht 0·0105 Gr. betrug. Ich brachte diesen Niederschlag, auf Chlorbaryum umgerechnet, von der Gesammtmenge der Alkalien in Abzug. Im Filtrate dieses Niederschlages konnte ich nunmehr 0·0010 Gr. Rückstand wägen, welche Menge nach einer so langwierigen Arbeit nicht als positives Resultat genommen werden kann. Indem hiermit die Abwesenheit des Natron im Lepidolith von Rožena constatirt ist, gewinnt zugleich die Lithiumbestimmung einen Beweis mehr für ihre Richtigkeit. Wird nämlich nach der Abscheidung des Kalium der ganze Rest des Chloralkalis auf Lithion gerechnet, so ergeben sich daraus 6·06%, während aus dem gewogenen phosphorsauren Lithium sich 6·16% ergeben. Die gute Uebereinstimmung dieser Zahlen erhöht den Werth der Lithionbestimmung.

V. Auf die Fluorbestimmung wurde ebenfalls grosse Sorgfalt verwendet. So oft ich an einem und demselben Mineral die Fluorbestimmung wiederholt habe, sind die Resultate immer gut übereinstimmend ausgefallen, und ist die Verlässlichkeit der angewandten Methode (Berzelius-Rose), welche ich kurz angebe, durch verschiedene Versuche im Laboratorium bestätigt worden. Nachdem mit kohlensaurem Natron-Kali aufgeschlossen, die alkalische Schmelze mit Wasser aufgeweicht und gut ausgewaschen war, wurde das Filtrat mit kohlensaurem Ammon versetzt und auf dem Wasserbade so lange abgedampft, bis dass letzteres ganz verflüchtigt war. Der Niederschlag wurde abfiltrirt und zum Filtrate in einem Becherglase Chlorcalcium zugegeben. Nach zwölf Stunden brachte ich den Niederschlag auf das Filter, glühte denselben nachher und übergoss ihn dann mit Essigsäure. Nach vollständiger Eindampfung wurde der essigsaure Kalk in Wasser gelöst und das Fluorcalcium als Rückstand erhalten.

VI. Zur Bestimmung der Kieselsäure, der Erden und Metalloxyde dienten die heute allgemein angewandten Methoden. Bei dem Zinnwaldit wurde einmal Thonerde und Eisenoxyd vom Mangan mit bernsteinsaurem Natron getrennt.

Digitised by the Harvard University, Download from The BHL http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

VII. Das Wasser wurde nach E. Ludwig's Methode durch Aufschliessen mit entwässertem kohlensaurem Natron-Kali im ausgebauchten Platinrohre bestimmt. (Tschermak, Mineral. Mitth. V. 213. 1875.)

Lepidolith von Paris, Maine, N. Am.

Der Lepidolith von Paris unterscheidet sich vom Roženaer Vorkommen bloss durch ein grösseres Korn und seine schöne Lilafarbe, welche bei dem Glimmer von Rožena eine Nuance mehr in das rothe besitzt. Sonst gleicht er in seinem übrigen Verhalten vollkommen dem Lepidolith von Rožena.

Das Endresultat der Untersuchung habe ich aus folgenden Zahlen erhalten:

Fluorbestimmung: 0·9735 Gr. Subst. bei 105° C. getrockn. gaben 0·1030 Gr. Fluorcalcium, welche entsprechen 0·05017 Gr. Fluor.

Aufschliessung mit hohlensaurem Natron-Kali: 1·0275 Gr. Subst. bei 105° C. getr. gaben 0·5178 Gr. Kieselsäure und 0·2897 Gr. Thonerde.

Aufschliessung mit Flusssäure: 1) 0·8769 Gr. Subst. gaben 0·3555 Gr. Chloralkalien. Erhalten wurden aus denselben 0.5800 Gr. Kalium-Platinchlorid, welche entsprechen 0·1769 Gr. Chlorkalium oder 0·1116 Gr. Kali. — Basisch phosphorsaures Lithium wurden erhalten 0·0703 Gr., welche entsprechen 0·0774 Chlorlithium oder 0·0273 Gr. Lithion in Procenten gleich 3·11. Dieses Resultat stelle ich weiter unten nicht in Rechnung, da ich mit der grössten Wahrscheinlichkeit vermuthe, bei der Analyse einen Verlust erlitten zu haben. — 2) Aus 0·7029 Gr. Subst. erhielt ich 0·2834 Gr. Chloralkalien, daraus wurden gefällt 0·4365 Gr. Kalium-Platinchlorid, welche entsprechen 0·1332 Gr. Chlorkalium oder 0·0840 Gr. Kali. — 0·0921 Gr. phosphorsaures Lithium entsprechen 0·035728 Gr. Lithion.

Resultat in Procenten ausgedrückt:

	I.	II.	Mittelwerthe:	
Fluor	5·15	—	5·15	Proc.
Kieselsäure	50·39	—	50·39	„
Thonerde	28·19	—	28·19	„
Manganoxydul	—	—	Sp.	
Kali	12·73	11·95	12·34	„
Lithion	—	5·08	5·08	„
Wasser	—	2·36	2·36	„
			103·51	
Dem Fluor äquiv. Sauerstoffmenge			2·17	
			101·34	

Das spec. Gew. mit 1·5883 Gr. Substanz in Körnern bestimmt, ist gleich 2·8546. Im Spectroskop war neben Rubidium das Cäsium besonders schön zu erkennen.

Digitised by the Harvard University, Download from The BHL http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

Lepidolith von Rožena in Mähren.

Crell's Ann. II. 196. 1791.
Klaproth, Beitr. I. 279. II. 191.
Gmelin Ch., Schweigg. J. XXX. 173. 1820.
Kralovanzky, „ „ LIV. 230. 1828.
Regnault, J. f. pr. Ch. XVII. 488. 1839.
Rammelsberg, Pogg. Ann. LXXXI. 39. 1850.
Cooper, „ „ CXIII. 343. 1861.
Reuter, Rammelsb. Min. Chem. II. Aufl. 521. 1875.

In Verwendung kamen sehr frische Partien von einem Block, welcher eigens zu diesem Zwecke an Ort und Stelle ausgesucht worden war. Das Verhalten dieses Lepidolith vor dem Löthrohre, gegen Säuren, seiner Schmelzbarkeit ist in den älteren Arbeiten wiederholt mitgetheilt und müsste ich das Bekannte darüber nur wieder bestätigen. Die Ergebnisse der Analyse sind:

Fluorbestimmung: 0·8853 Gr. Subst. bei 105° C. getrocknet gaben 0·1440 Gr. Fluorcalcium, welche entsprechen 0·0702 Gr. Fluor. Von dieser Menge Fluor müssen 0·0004 Gr. Phosphorsäure abgezogen werden.

Aufschliessung mit kohlensaurem Natron-Kali: 1. 1·4310 Gr. Subst. bei 105° C. getr. gaben 0·7360 Kieselsäure und 0·4047 Gr. Thonerde.

2. 1·017 Gr. Subst. gaben 0·5140 Gr. Kieselsäure und 0·2778 Gr. Thonerde (kleine Thonerde fehlt).

3. 1·4310 Gr. Subst. gaben 0·1732 phosphorsaures Lithium, welche entsprechen 0·077188 Lithion und gleich 4·70% sind. Da besonders durch Zurückhalten des Chlorlithiums bei dem Chlorkalium und Chlornatrium Verlust eingetreten ist, benütze ich dieses Resultat nicht.

4. 0·9512 Gr. Subst. bei 105° C. getr. gaben 0·0091 Gr. Wasser.

Aufschliessug durch Flusssäure: 1. Zur Controle meiner Lithiumbestimmung übernahm es gütigst Herr L. Sipőcz, eine Aufschliessung zu machen, bei welcher er aus 1·2432 Gr. Subst. 0·1796 Gr. phosphorsaures Lithium erhielt, welche entsprechen 0·069672 Gr. Lithion.

2. 1·2357 Gr. Subst. bei 105° C. getr. gaben 0·4336 Gr. Chloralkalien. Kaliumplatinchlorid wurden erhalten 0·6926 Gr., welche entsprechen 0·2113 Gr. Chlorkalium oder 0·1332 Gr. Kali. Als phosphorsaures Lithium wurden 0·1962 Gr. gefällt, welche entsprechen 0·0761118 Gr. Lithion.

Bei einer Probe auf Eisenoxydul wurden erhalten 0·002733 Gr.

Digitised by the Harvard University, Download from The BHL http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

Resultat in Procenten ausgedrückt:

	I.	II.	Mittelwerthe:	
Phosphorsäure . . .	0·05	—	0·05	Proc.
Fluor	7·88	—	7·88	„
Kieselsäure	51·43	50·54	50·98	„
Thonerde	28·28	27·32	27·80	„
Eisenoxydul	0·05	—	0·05	„
Manganoxydul . . .	Sp.	—	Sp.	„
Kali	—	10·78	10·78	„
Lithion	5·60 (Sipöcz)	6·16	5·88	„
Wasser	0·96	—	0·96	„
			104·38	
Dem Fluor aequiv. Sauerstoffmenge			3·32	
			101·06	

Das spec. Gewicht wurde im Pyknometer mit Anwendung von 1·5547 Gr. körniger Subst. gleich 2·834 gefunden.

Nach Cooper enthält der Roženaer Glimmer 0·24 % Rubidiumoxyd und sind dieselben bei dem Kali in Rechnung zu bringen. Neben dem Rubidium zeigte sich im Spektroscop auch das Cäsium.

Zinnwaldit von Zinnwald in Böhmen.

Klaproth, Beitr. V. 64.
Gmelin, Ch. Gilb. Ann. LXIV. 371. 1820.
Turner, Edinb. J. Sci. III. vj. 61.
Lohmayer, Pogg. Ann. LXI. 377. 1844.
Stein, Rammelsb. Min. Chem. I. Aufl. 663. 1860.
Rammelsberg, Pogg. Ann. LXXXI. 43. 1850.

Das Material für diese Analyse war einer Druse entnommen, deren Krystalle fächerförmig gruppirt und durcheinander gewachsen waren. Die einzeln geprüften Blättchen waren von braunem Aussehen und besassen hohen Glanz. Das physikalische Verhalten dieses Glimmers ist nachzusehen bei Tschermak: Die Glimmergruppe I. Th. Sitz.-Ber. d. Wiener Ak. Bd. LXXVI. Juli-Heft. 31. 1877.

Das Endergebniss ergiebt sich aus folgenden Zahlen:

Fluorbestimmung: 1. 0·9501 Gr. Subst. bei 105° C. getr. gaben Fluorcalcium 0·1618 Gr., woraus sich 0·0788 Gr. Fluor berechnen. Abzuziehen sind 0·00045 Gr. Phosphorsäure.

2. 0·7396 Gr. Subst. gaben 0·1179 Gr. Fluorcalcium, welche entsprechen 0·0574 Gr. Fluor. Hievon sind abzuziehen 0·0009 Gr. Phosphorsäure.

Aufschliessung mit kohlensaurem Natron-Kali: 1. 0·9768 Gr. Subst. gaben 0·4484 Gr. Kieselsäure und 0·2062 Gr. Thonerde.

2. 0·9885 Gr. Subst. gaben 0·4535 Gr. Kieselsäure und 0·2372 Gr. Thonerde, 0·1342 Gr. Eisenoxyd und 0·0193 Gr. Manganoxydul.

3. 0·6640 Gr. Subst. bei 105° C. getr. gaben 0·0063 Gr. Wasser.

Digitised by the Harvard University, Download from The BHL http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

Eisenoxydulbestimmung: 1. 0·6696 Gr. Subst. im zugeschmolzenen Glasrohr mit Schwefelsäure und Flusssäure aufgeschlossen verbrauchten 6·4 Cc. Chamaeleon (1 Cc. Cham. entsprach 0·0091125 Gr. Eisen), welche entsprechen 0·05832 Gr. Eisen oder 0·07498 Gr. Eisenoxydul.

2. 0·5064 Gr. aufgeschlossene Subst. verbrauchten 5·2 Ccm. Chamaeleon entsprechend 0·060923 Gr. Eisenoxydul.

Flusssaure Aufschliessung. 1·1046 Gr. Subst. bei 105° C. getrocknet gaben 0·2950 Gr. Chlor-Alkalien, aus welchen 0·6012 Gr. Kaliumplatinchlorid abgeschieden wurden, entsprechend 0·1834 Gr. Chlorkalium oder 0·1156 Gr. Kali. Erhalten wurden 0·0934 Gr. phosphorsaures Lithium entsprechend 0·10265 Gr. Chlorlithium oder 0·03623 Gr. Lithion. Aus der Differenz ergeben sich für das Chlornatrium 0·0090 Gr., welche 0·0047 Gr. Natron entsprechen.

Resultat in Procenten ausgedrückt:

	I.	II.	Mittelwerthe
Phosphorsäure . . .	0·05	0·12	0·08
Fluor	8·24	7·64	7·94
Kieselsäure	45·90	45·84	45·87
Thonerde	21·11	23·89	22·50
Eisenoxyd	—	—	0·66
Eisenoxydul	11·20	12·03	11·61
Manganoxydul . . .	—	1·75	1·75
Kali	—	10·46	10·46
Natron	—	0·42	0·42
Lithion	—	3·28	3·28
Wasser	—	0·91	0·91
			105·48
Dem Fluor aequiv. Sauerstoffmenge			3·34
			102·14

Aus zwei Versuchen ergab sich das spec. Gew. mit 0·6823 Gr. und 1·1202 Gr. Subst. im Pyknometer bestimmt zu 2·987 und 2·956 also im Mittel 2·9715.

Das Rubidium ebenso auch Cäsium wurden im Spektroskop sehr deutlich erkannt, während ich Thallium in keinem der drei untersuchten Glimmer habe entdecken können.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: Mineralogische Mittheilungen

Jahr/Year: 1877

Band/Volume: 1877

Autor(en)/Author(s): Berwerth Friedrich Martin

Artikel/Article: IV. Untersuchung der Lithionglimmer von Paris, Rozena und Zinnwald. 337-346