Ueber die Bestimmung des aus Mineralen durch Trockenmittel abscheidbaren Wassers, speciell bei Heulandit und Epistilbit.

Von

Paul Jannasch in Göttingen.

Die in Groth's Zeitschrift für Krystallographie erschienene Abhandlung von C. Hintze* in Bonn „über Epistilbit" mit einigen quantitativen Bestimmungen Bodewig's zur Controlirung des von mir vor zwei Jahren für den Heulandit und Epistilbit festgestellten Wassergehaltes**, hat mich zur Ausführung der im Nachfolgenden mitgetheilten Versuchsreihen über die Trocknung dieser Zeolithe durch verschiedene wasseranziehende Mittel veranlasst. Ich bemerke sogleich, dass ich schon damals das Richtige traf, als ich a. a. O. Seite 272 sagte: „Ich habe sogar absichtlich ein vorheriges Liegenlassen des zu den Wasserbestimmungen angewandten Materials über concentrirter Schwefelsäure vermieden, da aller Wahrscheinlichkeit nach krystallwasserreiche Minerale in so feinvertheilter Form hierbei erheblichen Verlusten durch Verwitterung ausgesetzt sind, während das dem Pulver mechanisch anhaftende Wasser für das Resultat der Analyse wohl kaum von irgend welcher Bedeutung sein dürfte, vielleicht im Durchschnitt keinen Fehler über 0.1 % ausmacht." Diesem Satze fügte ich schliesslich noch die Anmerkung: „eine Versuchsreihe in dieser Richtung wäre recht erwünscht", hinzu. —

Ganz anders jedoch fassen Hintze und Bodewig den frag-

* Groth's Zeitschr. f. Krystallogr. VIII. 605.

** Dies. Jahrb. 1882. II. 269.

lichen Gegenstand auf und wollen daher die Zeolithe vor der Wasserbestimmung erst über Chlorcalcium bis zur Gewichtsconstanz getrocknet wissen, eine Methode, welche für den Heulandit und den Epistilbit zu dem gleichen Wassergehalt führt. Dem Vorschlage dieser Forscher nun, den höheren Wassergehalt des lufttrocknen Heulandits einfach auf Rechnung einer grösseren Hygroscopicität zu setzen und damit die chemische Formel beider Minerale wieder für identisch zu erklären, widerspricht aber gerade die chemische Gleichheit derselben, und nicht minder vereinbar mit der Hintze-Bodewig'schen Auffassung erweisen sich die neuerdings von E. Mallard über die Natur des Krystallwassergehaltes des Heulandits auf Grund werthvoller Untersuchungen ausgesprochenen Ansichten*.

Bei Bestimmungen des gebundenen Wassers einer Verbindung ist es nicht leicht anzugeben, unter welche trocknende Einflüsse man dieselbe bringen darf, ohne einen Theil ihres sogenannten gebundenen Wassers (Krystall- oder Constitutionswassers), also nicht nur das anhaftende, sog. hygroscopische Wasser zu entziehen. — Da es Verbindungen giebt, wie die mit Krystallwasser krystallisirte Soda, welche bei gewöhnlicher Temperatur und in nicht getrockneter Luft verwittern, so kann das mildeste Trockenmittel bereits Wasser hinwegnehmen. Der Grad der Trockenheit der Umgebung, meist der Luft, um den zu trocknenden Gegenstand bedingt die Menge des entweichenden Wassers. Der Grad der Trockenheit der Umgebung (Luft) wird aber durch das Trockenmittel (trockner Sand, Calciumchlorid, concentrirte Schwefelsäure, Phosphorsäure-Anhydrid u. s. w.) herbeigeführt, folglich werden die wasserhaltigen Verbindungen über verschiedenen wasserentziehenden Mitteln, entsprechend deren chemischer Anziehungskraft, verschiedene und oft ganz bestimmte Mengen Wasser verlieren. Allein auch nach längerem Liegen über wasserabsorbirenden Substanzen tritt aus den wasserhaltigen Verbindungen in den meisten Fällen nicht alles gebundene Wasser aus, da sich selbst über relativ starken Trockenmitteln, wie z. B. Chlorcalcium, noch eine wasserhaltige Atmosphäre befindet**.

* cf. hierüber das Referat von C. Klein in dies. Jahrb. 1884. Bd. I. -313-.

** E. Fleischer: „Das Hygrometer im Exsiccator" in Zeitschr. f. anal. Chem. von Fresenius XXIII. 33.

Will man nun Verbindungen im sogenannten lufttrocknen Zustande, d. h. so untersuchen, wie sie nach dem Liegen an gewöhnlicher Luft sind, so muss zunächst bestimmt werden, welchen Fehler die hygroscopische Feuchtigkeit bei der Feststellung des gebundenen Wassers hervorzurufen vermag. Für gleiche Mengen von chemisch ähnlichen Körpern in gleich feiner Vertheilung muss die hygroscopische Feuchtigkeit nahezu gleich sein. Man kann daher ohne Weiteres annehmen, dass wasserhaltige Silikate (Zeolithe) unter gleichen Verhältnissen dieselbe Menge hygroscopischer Feuchtigkeit enthalten, wie die wasserfreien, z. B. Feldspathpulver, Granat u. s. w. Ich habe die hygroscopische Feuchtigkeit der letzten beiden über Phosphorsäure-Anhydrid bestimmt und nie über 0.07 % gefunden; desgleichen gaben Heulandit- und Epistilbitpulver an trockne Oberflächen, wie ausgeglühten Sand (cf. weiter unten), ebenfalls nur ganz unbeträchtliche Wassermengen ab (Heulandit = 0.03 % und Epistilbit = 0.10 %) — diese Grössen beeinträchtigen mithin die analytischen Resultate in keiner beachtenswerthen Weise. — Meine Untersuchung hat, wie die nachfolgenden Thatsachen beweisen sollen, ergeben:

I. dass Heulandit und Epistilbit in künstlich getrockneter Luft leicht chemisch gebundenes Wasser abgeben, bereits schon über Chlorcalcium;

II. dass diese Minerale unter dem Einfluss verschiedener Trockenmittel verschiedene Mengen Wasser verlieren, und

III. bestätigte ich damit meine frühere Beobachtung, dass der gesammte Gehalt an chemisch gebundenem Wasser im Heulandit und im Epistilbit verschieden ist. Die beiden Minerale halten daher verschiedene Mengen Wasser in verschiedener Art gebunden; sie sind daher nicht isomer oder polymer, d. h. gleich zusammengesetzt bei gleichem oder ungleichem Molekulargewicht, sondern Epistilbit und Heulandit bilden verschieden zusammengesetzte Minerale.

Einwirkung wasserentziehender Mittel auf Heulandit.

Bei Temperaturen von 16—22° C.

I. Versuchsreihe.

Wasserverlust des Heulandits über gewöhnlicher concentrirter Schwefelsäure.

A) Von gröblichem Pulver, das 12 Stunden an einem staubfreien Orte der Luft ausgesetzt war.

0.6809 g Substanz verloren an Gewicht:

1. nach 7 Stunden = 0.0095 g = 1.39%;
2. „ 24 „ = 0.0123 „ = 1.80 „
3. „ 36 „ = 0.0129 „ = 1.89 „
4. „ 48 „ = 0.0145 „ = 2.12 „
5. „ 60 „ = 0.0151 „ = 2.21 „

Nach 60 Stunden fand keine Gewichtabnahme des Tiegelinhaltes mehr statt. — Das so behandelte Mineralpulver nimmt an der Luft alles verloren gegangene Wasser wieder auf, wie die folgenden Zahlen beweisen:

1. Platintiegel + Substanz vor dem Verweilen über Schwefelsäure = 19.5881 g;
2. „ „ „ nach dem Trocknen „ „ = 19.5730 „
3. nach 24stündigem Stehen an der Luft . . . . . = 19.5884 „
4. „ 28 „ „ „ „ „ . . . . . = 19.5884 „

B) Controlversuch für die Wasserentziehung über Schwefelsäure mit Heulanditmaterial, welches nach dem Zerkleinern sofort in einem gut verschlossenen Gläschen zur Aufbewahrung kam.

0.6810 g Substanz verloren über Schwefelsäure:

1. nach 16 Stunden = 0.0137 g = 2.01%;
2. „ 40 „ = 0.0152 „ = 2.23 „
3. „ 60 „ = dasselbe.

Wasser-Wiederaufnahme an der Luft.

1. Tieg. + Subst. vor dem Trocknen . . = 19.5882 g;
2. „ „ „ nach 60 St. über SO_4H_2 = 19.5730 „
3. nach 1½ Stunden an der Luft . . . . = 19.5880 „
4. „ 2 „ „ „ „ . . . . = 19.5880 „

II. Versuchsreihe.

Gewichtsabnahme von gepulvertem Heulandit über Phosphorsäure-Anhydrid (P_2O_5).

A) Gröbliches Pulver.

0.6952 g Substanz verloren:

1. nach 4 Stunden = 0.0090 g = 1.29%;
2. „ 20 „ = 0.0140 „ = 2.01 „
3. „ 36 „ = 0.0166 „ = 2.38 „
4. „ 48 „ = 0.0182 „ = 2.61 „
5. „ 60 „ = 0.0194 „ = 2.79 „

Zunahme des über P_2O_5 getrockneten Pulvers an der Luft:

1. Tiegel + Substanz vor dem Trocknen = 19.9490 g;
2. nach dem Trocknen = 19.9296 „
3. nach 6 Stunden an der Luft = 19.9490 „
4. „ 9 „ „ „ „ = 19.9488 „

B) Sehr fein gepulverter Heulandit.

0.6002 g Substanz verloren über Phosphorsäure-Anhydrid:

1. nach 3 Stunden = 0.0108 g = 1.79%;
2. „ 8 „ = 0.0133 „ = 2.21 „
3. „ 24 „ = 0.0184 „ = 3.06 „
4. „ 48 „ = 0.0194 „ = 3.23 „
5. „ 72 „ = 0.0198 „ = 3.29 „

Zunahme dieses so getrockneten Materials an der Luft:

1. Tiegel + Heulandit vor dem Trocknen = 19.8538 g;
2. „ „ „ nach „ „ = 19.8340 „
3. „ „ „ „ ½ Stunde = 19.8458 „
4. „ „ „ „ ¾ Stunden = 19.8520 „
5. „ „ „ „ 1 Stunde = 19.8532 „
6. „ „ „ „ 2 Stunden = 19.8535 „
7. „ „ „ „ 4 „ = 19.8535 „

III. Versuchsreihe.

Wasserverlust des Heulandits von Berufjord über geschmolzenem Chlorcalcium.

I. 0.6062 g angewandte Substanz (gröbliches Pulver) verloren an Gewicht:

1. nach 24 Stunden = 0.0040 g = 0.65%;
2. „ 48 „ = 0.0046 „ = 0.75 „
3. „ 60 „ = 0.0046 „ = 0.75 „

II. Controlversuch. 0.6984 g Substanz hatten nach 32 Stunden einen Verlust von 0.0060 g erfahren = 0.85 %; von hier ab blieb das Gewicht constant.

III. Controlversuch mit einem Material, das von den vorstehenden Trocknungsversuchen herrührte und durch Liegenlassen an der Luft sein verlorenes Wasser wieder vollständig aufgenommen hatte. — 0.8542 g davon verloren bis zur Gewichtsconstanz über dem Calciumchlorid getrocknet = 0.0077 g = 0.90 %.

IV. Versuchsreihe.

Einwirkung von über conc. Schwefelsäure getrocknetem Sande* auf gröbliches Heulanditpulver.

0.6032 g Substanz verloren an Gewicht:

1. nach 16 Stunden = 0.0002 g = 0.03 %.
2. nach 40 Stunden hatte keine Gewichtsabnahme mehr stattgefunden.

Ein V. Versuch wurde angestellt, um zu erfahren, ob Heulandit durch die Operation des Pulverns Wasser verliert. — 0.6030 g unmittelbar nach dem Zerkleinern abgewogener Heulandit ergaben nach zweistündigem Stehen an der Luft eine Gewichtszunahme von 0.0002 g; nach weiteren 6 Stunden erwies sich dieses Gewicht noch als constant.

Einwirkung wasserentziehender Mittel auf Epistilbit.**

I. Versuchsreihe.

Wasserverlust des Epistilbits über concentrirter Schwefelsäure.

0.5165 g Subst. verloren hierbei:

1. nach 5 Stunden = 0.0054 g = 1.04 %;
2. „ 24 „ = 0.0092 „ = 1.78 „
3. „ 48 „ = 0.0102 „ = 1.97 „
4. „ 72 „ = constantes Gewicht.

An der Luft hatte das Trockenpulver, nach 2-stündigem Stehen gewogen, sein erstes Normalgewicht bei einem Minus von 0.0003 g wieder erreicht; eine weitere Gewichtsdifferenz erfolgte von da ab nicht mehr.

---

* Der lufttrockene feine Sand hatte in der zur Verwendung kommenden geräumigen Krystallisirschale mehrere Tage über conc. Schwefelsäure gestanden.

** Bei Temperaturen wie beim Heulandit.

II. Versuchsreihe.

Wasserverlust des Epistilbits über Phosphorsäure-Anhydrid.

0.5410 g Subst. verloren hierbei:

1. nach 3 Stunden = 0.0056 g = 1.03%;
2. „ 24 „ = 0.0102 „ = 1.88 „
3. „ 48 „ = 0.0116 „ = 2.14 „
4. „ 72 „ = constant.

Wiederwasseraufnahme dieses Trockenmaterials an der Luft.

1. Tiegel + Epistilbit vor dem Trocknen = 19.4480 g;
2. nach 72stündig. Verweilen über P_2O_5 = 19.4364 „
3. „ 2 „ „ an der Luft = 19.4478 „
4. „ 7 „ „ „ „ „ = 19.4480 „

III. Versuchsreihe.

Wasserverlust des Epistilbits von Berufjord über geschmolzenem Chlorcalcium.

0,5165 g angew. Subst. (Material von der folgenden Versuchsreihe über conc. Schwefelsäure) verloren über Calciumchlorid

1. nach 5 Stunden = 0.0028 g = 0.54%;
2. „ 24 „ = dasselbe;
3. „ 30 „ = ebenso.

Nach 24-stündigem Stehen an der Luft wurde dieses getrocknete Material wieder gewogen und das ursprüngliche Gewicht des Tiegelinhaltes vor der Einwirkung des Trockenmittels mit einem Plus von 0.0002 g constatirt.

IV. Versuchsreihe.

Einwirkung von trocknem Sand* auf Epistilbitpulver.

0.5935 g Subst. verloren darüber:

1. nach 4 Stunden = 0.0006 g = 0.10%;
2. „ 20 „ = dasselbe.

Gesammtwasserbestimmungen für das zu den Trocknungsversuchen angewandte Material.

I. Heulandit.

I. 0.8242 g Heulandit gaben nach dem Glühen einen Gewichtsverlust von 0.1350 g = **16.37%** Wasser.

* Derselbe war vor dem Versuch anhaltend erhitzt und wurde darnach über conc. Schwefelsäure zum Erkalten gestellt.

II. 0.6040 g Heulandit von einer andern Stufe verloren durch Glühen = 0.0990 g, entsprechend **16.39%**.

III. Directe Wägung des durch Glühen der Substanz ausgetriebenen Wassers im Chlorcalciumrohr*.

0.5927 g gaben = 0.0969 g Wasser = **16.35%**.

IV. Zweite directe Wasserbestimmung. — 0.5284 g Material von einer 3. Stufe lieferten = 0.0867 H_2O = **16.40%****.

II. Epistilbit.

0.5702 g Epistilbit von Berufjord gaben 0.0869 g Wasser (wie bei den Wasserbestimmungen III. und IV. im Chlorcalciumrohr gewogen), entsprechend = **15.24%**.

---

* Das Glühen des Mineralpulvers erfolgte in einem Kugelrohr aus böhmischem Glase, u. zw. zunächst vermittelst einer kräftigen Gasflamme und zum Schluss vor dem Gebläse.

** Das Material für meine Versuche stammte von drei Handstücken, welchen schon früher Proben für Wasserbestimmungen entnommen wurden. Die damaligen Glühverlustbestimmungen lieferten = 16.40; 16.42 und 16.46% H_2O (a. a. O. Seite 279).

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: Neues Jahrbuch für Mineralogie, Geologie und Paläontologie

Jahr/Year: 1884

Band/Volume: 1884_2

Autor(en)/Author(s): Jannasch Paul Ehrhardt

Artikel/Article: Ueber die Bestimmung des aus Mineralen durch Trockenmittel abscheidbaren Wassers, speciell bei Heulandit und Epistilbit 206-213