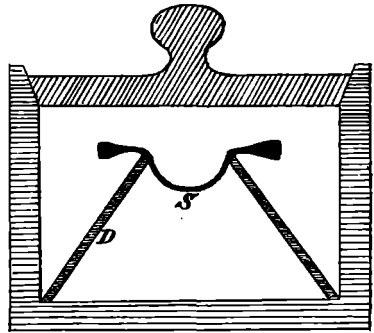


Eine Bleidose für die mikrochemische Silikatanalyse.

Von **H. V. Graber** in Böhmisches-Leipa.

Mit 1 Textfigur.

Die Schwierigkeit, chemisch-reine Flußsäure zu beschaffen und dauernd rein aufzubewahren, wird bekanntlich durch die Verwendung von Bleidosen behoben. Doch sind diese ausschließlich den Zwecken der makrochemischen Analyse dienlichen Gefäße meistens zu umfangreich und bedürfen großer Mengen von Flußspat und Schwefelsäure oder es werden mit ihnen andere Absichten verfolgt, z. B. die von COHEN (Mitt. d. naturw. Ver. für Neupommern u. Rügen. 20. Jahrg. 1888) vorgeschlagene Trennung von Mineralen eines Silikatgesteins (vergl. auch ROSENBUSCH, Mikroskop. Physiogr. etc. 3. Aufl. 1. 255). Ich verwende nun seit längerer Zeit und mit dem besten Erfolge eine kleine Bleidose, die in ihrer gegenwärtigen Form und natürlichen Größe durch die beigegebene Abbildung illustriert wird. Man stellt sich dadurch in völlige Unabhängigkeit von dem teuren und nicht immer ganz tadellosen Handelspräparat der reinsten Flußsäure, von der für die mikrochemische Analyse ohnedies nur geringe Mengen benötigt werden. Sehr gute Dienste leistete mir diese Dose beim Studium der Feldspat-(Albit-)Einsprenglinge im dynamometamorphen Quarzkeratophyr des Maschwitzbergs bei Böhmisches-Leipa.



Bleidose für die mikrochemische Silikatanalyse (natürliche Größe).

Der gegenwärtige Verschluss der Dose ist der einfachste und beste. Der vorspringende Rand kann auch vermieden werden, doch ziehe ich ihn aus Reinlichkeitsgründen vor. Die Aufschließung erfolgt mit roher rauchender Flußsäure, die überall erhältlich ist.

Der Vorteil ihrer Verwendung gegenüber dem Flußspat-Schwefelsäure-Gemisch liegt einerseits in der höheren Sauberkeit und dann im Umstand, daß bei Anwendung von Schwefelsäure die Dose als Exsikkator wirkt und den im Platinschüsselchen befindlichen Wassertropfen absorbiert.

Das ca. 2—3 g schwere Platinschüsselchen (*S*) hat halbkugelige Form und faßt 1 cm³; es hängt mit zwei Fortsätzen, die zum besseren Anfassen mit der Pinzette an ihrem Ende seitlich aufgedreht sind, im Rahmen eines Dreifußes (*D*), der entweder aus dickem Platin- oder etwa 2 mm starkem Bleidraht gefertigt wird. Den Ersatz des Gestelles durch eine durchlochte Platte kann ich nicht empfehlen. Der Schnabel des Schüsselchens ist nicht entbehrlich.

Je nach dem beabsichtigten Zwecke läßt sich die Aufschließung dem Verfahren von BOŘICKÝ oder BEHRENS anpassen. Für die BOŘICKÝ-Probe wird das Schüsselchen mit einem Tropfen destillierten Wassers beschickt. Vorteilhaft ist es, diesen Tropfen in der Weise zu bereiten, daß man gewöhnliches destilliertes Wasser in einem kleinen und engen, von einem Uhrglase bedeckten Becherglase erhitzt und den auf der Konvexität des Uhrglases zusammenlaufenden Tropfen in das Schüsselchen fallen läßt. Auf den Boden der Bleidose gießt man einige Kubikzentimeter roher Flußsäure, verschließt und erwärmt die Dose einige Sekunden direkt über der Flamme. Die nun im Schüsselchen befindliche Säure besitzt nach kurzer Zeit eine genügende Konzentration.

Auffallend große Kriställchen von Kieselfluornatrium bzw. Kieselfluorkalium entstehen, wenn man einen kleinen Splitter des zu untersuchenden Minerals (Feldspat) direkt im Schüsselchen aufschließt und die Lösung auf einem mit Kanadabalsam überzogenen Objektträger langsam verdunsten läßt. Die Kriställchen werden dabei viel größer als nach der gewöhnlichen Methode. Bei Anwesenheit von Kali neben Natron bildet sich freilich sehr leicht die monokline Modifikation des Kieselfluorkaliums; diese, wie ich mich überzeugen konnte, nicht von der Anwesenheit des Natrons sondern vom Überschuß an freier Säure abhängige und wohlbekannte Erscheinung trat nicht ein, wenn die im Schüsselchen befindliche Lösung zuvor eingedampft und mit Wasser aufgenommen wurde.

Die Art und Weise der Verwendbarkeit der Bleidose zu den BEHRENS'schen Reaktionen ergibt sich von selbst.