

1) Ammoniakwasser.

1) Gehaltsbestimmung.

Ein etwa 250 - 300 ccm fassender Erlenmeyerkolben wird mit 40 ccm n/1 Schwefelsäure und etwa 50 - 60 ccm dest. Wasser beschickt und genau gewogen. Darauf bringt man mit Hilfe eines Glasrohres (l = 100 mm, \varnothing = 6 mm), das oben mit einem Glashahn verschlossen und unten zu einer etwa 1 - 2 mm weiten Kapillare ausgezogen ist, etwa 2 g des zu untersuchenden Ammoniakwassers in den Kolben. Dazu taucht man zunächst bei geöffnetem Hahn das Glasrohr in das Ammoniakwasser, schließt den Hahn, zieht das Röhrchen heraus und lässt nun nach vorsichtigem Abwischen des anhaftenden Wassers den Inhalt des Röhrchens zur Schwefelsäure fließen. Durch nochmaliges Wiegen erfährt man die angewandte Menge des Ammoniakwassers. Darauf wird der Überschuss an Schwefelsäure mit n/1 Natronlauge und p-Nitrophenol als Indikator zurückgenommen.

Berechnung: 1 ccm n/1 H_2SO_4 = 0,017031 g NH_3

$$NH_3 = \frac{\text{verbr. ccm n/1 } H_2SO_4}{\text{Einwage}} \cdot 0,017031 \cdot 100 \quad \text{Gew. \%}$$

Beispiel: Angewandt: 2,2202 g NH_3 -Wasser

Vorgelegt: 40,00 ccm n/1 H_2SO_4

Zurücktitriert: 5,08 ccm n/1 NaOH

Verbraucht: 34,92 ccm n/1 H_2SO_4

$$NH_3 = \frac{34,92 \cdot 0,017031 \cdot 100}{2,2202} = 26,79$$

$$\underline{\underline{NH_3 = 26,79 \%}}$$

Zwei verschiedene Bestimmungen dürfen um höchstens 0,1 % differieren.

2) Bestimmung von Verunreinigungen.

Handelt es sich um Ammoniakwasser, aus dem das Ammoniak später durch Abtreiben wiedergewonnen werden soll, so wird im allgemeinen auf anorganische Verunreinigungen weniger Wert gelegt werden. In andern Fällen jedoch kann ein grösserer Grad von Verunreinigungen eine Rolle spielen.

Man bestimmt dann den Eindampf- und Glührückstand des Ammoniakwassers und die einzelnen Verunreinigungen je nach den Anforderungen, die an das Wasser gestellt werden.

a) Eindampf- und Glührückstand.

Zwei Liter Ammoniakwasser werden im 1-Liter-Becherglas bis auf etwa 50 ccm eingedampft, worauf der Rückstand mit dest. Wasser in eine vorher tarierte Quarzschale (Ø 85 mm, Höhe 35 mm) gespült, auf einem Asbestdrahtnetz fast zur Trockene und später im Trockenschrank bei 105° völlig eingedampft wird. Nach dem Erkaltenlassen im Exsikkator wird gewogen. Darauf glüht man den Rückstand über freier Flamme, lässt wieder erkalten und wägt zurück.

Berechnung:

Eindampfrückstand = $\frac{\text{Gewichtszunahme des Schälchens in mg}}{\text{Angew. Liter NH}_3\text{-Wasser}}$ mg/l

Glührückstand = $\frac{\text{Gewichtszunahme des Schälchens in mg}}{\text{Angew. Liter NH}_3\text{-Wasser}}$ mg/l

Beispiel: Angewandt: 2 Liter NH₃-Wasser

Quarzschälchen tariert: 37,7260 g

1) Schälchen nach dem Eindampfen: 37,7776 g

" tariert 37,7260 g

Eindampfrückstand = 0,0516 g

Eindampfrückstand = $\frac{51,6}{2} = 25,8$

Eindampfrückstand = 25,8 mg/Ltr.

2) Schälchen nach dem Glühen: 37,7544 g

" tariert 37,7260 g

Glührückstand = 0,0284 g

Glührückstand = $\frac{28,4}{2} = 14,2$

Glührückstand = 14,2 mg/Ltr.

b) Eisen.

Man nimmt den Glührückstand im Quarzschälchen mit einigen ccm konz. Salzsäure auf, oxydiert mit einigen Tropfen konz. Salpetersäure, verdünnt mit dest. Wasser auf etwa 200 ccm und fällt das Eisen durch Zusatz von Ammoniak bis zur alkalischen Reaktion aus.

- 3 -

Nach dem Auswaschen mit dest. Wasser wird das Eisen in verd. Salzsäure gelöst, mit Zinnchlorür reduziert und nach Zusatz von Quecksilberchlorid und Mangansulfatlösung in der üblichen Weise mit n/100 Permanganatlösung bis zur Rosafärbung titriert.
Berechnung: 1 ccm n/100 KMnO_4 = 0,5584 mg Fe

$$\text{Fe} = \frac{\text{verbr. ccm n/100 KMnO}_4 \cdot 0,5584}{\text{Angew. Liter NH}_3\text{-Wasser}} \text{ mg/Ltr.}$$

Beispiel: Angewandt: 2 Liter NH_3 -Wasser zur Bestimmung des Glührückstandes.

Verbraucht: 10,5 ccm n/100 KMnO_4

$$\text{Fe} = \frac{10,5 \cdot 0,5584}{2} = 2,93$$

$$\text{Fe} = 2,9 \text{ mg/Ltr.}$$

Statt vom Glührückstand kann man auch vom Ammoniakwasser direkt ausgehen, indem man 2 Liter eindampft (auf 50 ccm), mit Salpetersäure oxydiert und dann das Eisen mit Ammoniak fällt. Weiterbehandlung wie oben.

Sollte das Eisen durch Glühen schwer löslich geworden sein, so muß man es durch Schmelzen ^{mit} KHSO_4 aufschließen.
