

Reduktionswertbestimmung.

Der Reduktionswert zeigt die Co-Metallmenge in %, welche bei der Reduktion des Katalysators zu Metall reduziert wurde. Das reduzierte Co macht bei der Auflösung durch verdünnte HCl eine äquivalente Menge H₂ frei. Aus dem erhaltenen H₂ und der ermittelten Co-Menge ergibt sich dann der Reduktionswert.

Ausführung:

Die Apparatur, d.h. der Zersetzungskolben einschl. des Gaswages bis zum Gasometer wird mit CO₂ durchspült und spämm die Verbindung zu letzterem hergestellt. Der Schlauch bleibt allerdings noch durch einen Quetschhahn gesperrt. Dann wird der getränkte Kontakt in den Einfüllstutzen gefüllt, (bis zur Marke rd. 50 ccm oder ca. 4 g Co). Bei nicht getränktem Kontakt kann das Einfüllen natürlich nur unter CO₂- oder H₂-Schutz, d.h. unter Luftabschluss geschehen. Den Kontakt läßt man nun in den Kolben, öffnet den Gasweg zum Gasometer und läßt durch den Einfülltrichter des Kolbens die 1 : 1 verdünnte HCl hinsu. Nun stellt man einen CO₂-Strom ein, welcher den entwickelten Wasserstoff in den Gasometer transportiert. Das Niveaugefäß des Gasometers wird jetzt gesenkt, um keinen Überdruck entstehen zu lassen. Erwärmung bis zum Sieden beschleunigt und vollendet nun die Auflösung des Kontaktes. Nach vollständigem Lösen, ca. ¼ Std., wird CO₂-Strom und Flamme abgestellt und der Gasometer geschlossen. Der Kolbeninhalt wird nun auf der Wutsche abgesaugt, der Rückstand mit heißem Wasser gewaschen und im Trockenschrank getrocknet. Der trockene Kieselgur-Rückstand ergibt nun, da er ja zum Co in bestimmtem Verhältnis steht (normalerweise 2 : 1), die vorhanden gewesene Co-Menge. Das genaue Co:Kgr-Verhältnis liegt immer durch Analysen der Katorfabrik vor.

Im Gasometer befindet sich nun das entwickelte Gas. Die Sperrflüssigkeit des Gasometers ist eine 30 %ige KOH, sodaß die CO₂ ziemlich absorbiert sein dürfte. Die Lauge menge, welche nun aus dem Gasometer in das Niveaugefäß tritt, entspricht der entwickelten Gasmenge. Druck und Temperatur, sowie Barometer-

stand zur Reduktion des Gasvolumens auf 0° C 760 mm Hg werden ermittelt und durch Analyse des Gases der Wasserstoffgehalt festgestellt.

Beispiel:

Die Röhrenfüllung des getrockneten Lösungsrückstandes ergibt 6,48 g Kieselgur. Bei einem Verhältnis von Ce 1 : Kagr 1,7 ergibt sich eine Ce-Menge von:

$$\frac{6,48}{1,7} = \underline{\underline{3,81 \text{ g Ce}}}$$

59 g Ce entsprechen	22,4 ltr. H ₂
1 g Ce =	380 cm ³ H ₂
3,81 g Ce =	1448 cm ³ H ₂

Die entwickelte Gasmenge:

1300 cm ³ bei -2 mm Hg	32° C
Barometerstand	= 759,6 mm Hg
Temperatur	= 32° C
Wasserdampfension	= 35,7 mm

$$\text{Reduktionsfaktor} = \frac{273 \cdot (759,6 - 35,7)}{760 \cdot 305} = \underline{\underline{0,853}}$$

$$V_0 (0^\circ\text{C } 760 \text{ mm tr.}) = 1300 \cdot 0,853 = 1109 \text{ cm}^3 \text{ Gas}$$

Durch Analyse wurden in diesen 1109 cm³ Gas 61,4 % H₂ gefunden, das ergibt 681 cm³ H₂. 3,81 g Ce würden 1448 cm³ H₂ frei machen bei 100 %iger Reduktion. Gefunden wurden 681 cm³, das ist:

$$\frac{681 \cdot 100}{1448} = 47 \%$$

$$\underline{\underline{\text{R.W.} = 47 \%}}$$