

Oberhausen-Köln, den 23. Dez. 1937.
BR Abtlg. DVA PU/17g.

000750

B.V.A.-Arbeitsvorschrift Nr. 6.

Bestimmung des freien Metallgehaltes
durch Titration nach der Bromatmethode.

A. Chemische Grundlagen:

Das freie Metall wird mittels Kaliumbromat in wässriger Lösung oxydiert. Die Menge des entstandenen Bromids wird durch Titration mit Silbernitrat ermittelt. Das Gesamtkobalt wird mit Salpetersäure als Co^{II} -Nitrat in Lösung gebracht und kolorimetrisch bestimmt.

B. Erforderliche Lösungen:

- 1.) Kalt gesättigte Kaliumbromatlösung, ca. $\frac{N}{2}$. Der Titer gegen $\frac{N}{10}$ Silbernitrat (Bromidgehalt) ist jeweils zu bestimmen und als Blindwert bei der Analyse zu berücksichtigen.
- 2.) $\frac{N}{10}$ Silbernitratlösung. 1 ccm entspricht 0,0177 g Kobaltmetall.
- 3.) ca. $\frac{N}{10}$ Natriumthiosulfatlösung.
- 4.) Konzentrierte Salpetersäure.

C. Ausführung der Bestimmung:

25 ccm der kalt gesättigten Kaliumbromat-Lösung (ca. $\frac{N}{2}$) werden in einem 500 ccm-Storchmann-Kolben pipettiert und mit Wasser auf ca. 75 ccm verdünnt. Der Kolben wird mit Stickstoff angespült. 2 - 3 g (ca. 1 g Kobalt) des Kators werden unter Luftabschluss eingefüllt. Zur besseren Verteilung des Kators in der Reaktionsflüssigkeit gibt man ca. 10 - 12 Glasperlen hinzu. Der Kolben wird nun mit einem Gummistopfen verschlossen und unter mehrmaligen Entlüften im Wasserbade auf 50°C erwärmt. Sodann wird mindestens 5 Minuten geschüttelt, abgekühlt und bis ungefähr

6 mm über der Eichmarke aufgefüllt (Volumen der Glasperlen). Die Lösung wird filtriert. 200 ccm dieser Lösung werden unter Zusatz von Kaliumchromat als Indikator mit $\frac{n}{10}$ AgNO₃ titriert (1 ccm $\frac{n}{10}$ AgNO₃ entspricht 0,0177g aktives Kobalt).

Der Rückstand wird mit dem Filter in ein Becherglas gegeben. Hierzu bringt man den noch im Kolben haftenden Rest und gibt soviel konz. Salpetersäure hinzu, daß eine Säurekonzentration von ca. 30 % vorliegt. Unter Zusatz von einigen Tropfen Thio-sulfatlösung läßt man 1/4 Std. kochen. Nun wird abgekühlt und auf 500 ccm aufgefüllt. Einen aliquoten Teil filtriert man durch ein Faltenfilter und stellt den Kobaltgehalt der Lösung fest (Gesamtkobalt).

Der Reduktionawert = $\frac{\text{aktives Co} \times 100}{\text{Gesamt-Co}}$ in %

Die Kaliumbromatlösung hat einen kleinen Bromidgehalt, der von den gefundenen ccm $\frac{n}{10}$ AgNO₃ abgezogen werden muß (ca. 0,4 ccm). Durch Titration ist dieser jeweils vorher festzustellen.

gez.: Roelen.

D. Kontrollanalysen

Nr. 433

000752

Auftrags-Nr. des Kontaktes	Versuchs- Nr.	Kontakt	Gesamt-Kobalt	aktiv Kobalt	Reduktions-Wert nach der Säure-Äquiva- Methode	gefundenen Reduktions- Wert in %
2691	1	getränkt	1,19	0,716		60
"	2	"	1,40	0,867	63	62
"	3	"	2,10	1,245		60
2701	4	"	0,94	0,623		66
"	5	"	1,09	0,704	67	65
"	6	"	2,03	1,235		61
2700	7	"	1,09	0,712	67	65
2725	8	"	1,50	0,893		60
"	9	"	1,75	1,075	63	62
2726	10	"	1,58	0,979		62
"	11	"	1,32	0,836	63 u. 66	64
2727	12	"	1,33	0,756		57
"	13	"	1,57	0,912	63	58
"	14	"	1,50	0,826		56
2730	15	"	0,81	0,504		62
"	16	"	1,30	0,743	65	58
"	17	"	1,33	0,811		61
Mischung von Grünkorn und hoch- reduziert. Kontakt	18	ungeränkt	3,24	1,88	60	58
hochreduzierter Kontakt	19	"	0,75	0,244		99
"	20	"	1,01	1,06	100	104
"	21	"	1,01	0,385		88
"	22	"	1,29	1,50	90	84
Grünkorn	23	"	1,86	—	0	0
"	24	"	3,38	—	0	0

22.12.37

Karl J. Bachner