

H.V.A.-Arbeitsvorschrift Nr. 8.

Kobalt - Bestimmung  
durch Titration mit Natronlauge.

Princip.

Das Kobalt wird aus neutraler Lösung mit überschüssiger Natronlauge ausgefällt, und der Überschuss an Natronlauge mit Salzsäure zurücktitriert.

Anwendungsbereich.

Bei der Ausfällung des Kobalts durch überschüssige Natronlauge werden von gegebenenfalls anwesenden Metallen Fe, Co, Mn, Ag, Cu, Ni u. Mg mitgefällt. Nicht gefällt werden Ca und die Alkalien. Thorium wird zunächst gefällt und geht als Doppelhydroxyd wieder in Lösung. Aluminium und Zink werden zunächst gefällt und gehen dann wieder als Aluminat und Zinkat in Lösung. Die Anwendbarkeit der Methode erstreckt sich demnach zunächst auf entkupferte, vorgefällte Kobaltlösungen, die kein Magnesium und nur Spuren von Nickel und Mangan enthalten. Nickel und Mangan werden in diesem Falle als Kobalt mitbestimmt.

In zweiter Linie können mit der vorliegenden Methode Kobalt-Thoriumlösungen untersucht werden, die gegebenenfalls auch noch Eisen und Aluminium enthalten können. In diesem Falle muß jedoch der Vorfällungsniederschlag (bis  $p_H = 6,4$ ) von der Kobaltlösung getrennt werden, da andernfalls durch die Wiederauflösung des Thoriumhydroxydes die Kobaltwerte zu niedrig gefunden werden.

Ausführung.

10 ccm der zu untersuchenden Kobaltlösung bringt man in einen 500er Stohmann-Kolben und gibt ca. 200 ccm destilliertes Wasser hinzu. Man neutralisiert so weit, daß eine Wasserstoffionenkonzentration  $p_H = 6,4$  erreicht ist (Lysphan-Papier). Sodann fügt man 50 ccm 2n NaOH hinzu, schüttelt gut durch, füllt zur Marke auf und läßt absetzen. Von der klaren, über

den Niederschlag stehenden Flüssigkeit titriert man 25 ccm mit  $\frac{N}{10}$  HCl zurück und zieht die verbrauchten ccm  $\frac{N}{10}$  HCl von dem Titer der vorgelegten 2n NaOH ab. Verbrauchs ccm 2n NaOH mal 5,897 = g Co/L.

Indikator für die Titration: Methylorange.

Beispiel:

Katangelösung: 10 ccm + 50,0 ccm 2n NaOH auf 500 ccm

25 ccm der klaren überstehenden Flüssigkeit verbrauchen:

31,25 ccm  $\frac{N}{10}$  HCl

Vorlage:

50,00 ccm 2n NaOH

Zurücktitriert für 25 ccm:

31,25 ccm  $\frac{N}{10}$  HCl

18,75 ccm 2n NaOH x 5,897

= 110,6 gCo/L

<u>Vergleichs-</u> <u>bestimmungen:</u>	elektro	titrim-	Differenz	Fehler
	lytisch:	trisch:		
	g Co/l	g Co/l	g Co/l	
Katangelösung	85,9	86,1	+ 0,2	+ 0,23
vorgef. Kohlösung	18,42	18,48	+ 0,06	+ 0,32
" Cobaltochloridlösung	50,10	50,00	- 0,1	- 0,20
Cobaltlösung Lösecharge 29	179,18	179,30	+ 0,2	+ 0,11

Zusammenfassung.

Die vorliegende Methode der Kobaltbestimmung durch Titration ist eine Schnellmethode, die sich besonders für Betriebslösungen eignet, bei denen die Größenordnung der Fremdmetalle bekannt ist.

*Ruhrlöschzin Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten*

— 3 —

000758

Der Vorteil der Methode liegt in der Zeitersparnis, da das für die elektrolytische Bestimmung des Kobalts erforderliche Abmessen mit Schwefelsäure fortfällt.

Die Genauigkeit im Vergleich zur elektrolytischen Kobaltbestimmung ist gut, der Fehler beträgt  $\pm 0,3\%$ .

Oberhausen-Holten, den 5. Januar 1938. gez.: Hoelen.