

Untersuchung von Kieselgur.Ausarbeitung: E r d.1.) Wasser:

25 g Kieselgur werden in einer flachen, runden Porzellanschale genau gewogen und bei 105 bis 110° zwei Stunden im Trockenschrank getrocknet. Nach dem Erkalten im Exsikkator wägt man zurück, trocknet nochmals zur Feststellung der Gewichtskonstanz eine weitere Stunde und wägt abermals nach dem Erkalten im Exsikkator zurück. Den Wassergehalt berechnet man aus der Gewichtsabnahme.

Beispiel: Einwaage 25,0 g
Gewichtsverlust 0,08 g = 0,32 % H₂O

2.) Glühverlust:

Zur Bestimmung des Glühverlustes wägt man genau 5 g der bei 105 bis 110° bis zur Gewichtskonstanz getrockneten Kieselgur in einem Porzellan- oder Platintiegel ab und glüht eine Stunde lang im Muffelofen bei 1000 bis 1050°. Der Glühverlust wird aus der Gewichtsabnahme berechnet.

Beispiel: Einwaage 5,0 g
Gewichtsverlust 0,012 g = 0,24 % Glühverlust der trockenen Kieselgur.

3.) Säurelösliches:

25 g der bei 1000° geglühten Kieselgur werden eine Stunde lang mit 250 ccm 25 %iger Salpetersäure (Merck) am Rückflusskühler gekocht. Der Rückstand wird auf einer Porzellanschale mit angeschlossener Saugflasche abgesaugt und mit heissem destilliertem Wasser solange ausgewaschen, bis das ablaufende Waschwasser gegen Lackmuspapier neutral reagiert. Das Filtrat muss völlig klar und farblos sein, andernfalls sind die zuerst durchlaufenden Anteile wieder auf die Nutsche zurückzugeben. Es ist darauf zu

achten, dass bei nachlassendem Wasserdruck etwa zurücksteigendes Leitungswasser das Filtrat nicht verunreinigt. Das klare Filtrat wird in einem 500 ccm Messkolben gespült und nach dem Erkalten mit destilliertem Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

200 ccm dieses so hergestellten Säureauszuges werden zur Festimmung

- a) des Eisens
- b) des Calciums

weitere 200 ccm zur Bestimmung

- c) des Aluminiums
- d) der Schwefelsäure

angewandt.

a) Säurelösliches Eisen.

200 ccm des Säureauszuges werden in der Hitze mit überschüssigem Ammoniak versetzt, wobei sich das Eisen neben Aluminium und Kieselsäure als braunes Hydroxyd abscheidet. Das mitfallende Aluminium sowie die Kieselsäure werden hierbei nicht beachtet, da diese auf die nachfolgende Ermittlung des Eisenwertes durch Titration mit Kaliumpermanganat keinen Einfluss haben. Nach dem Filtrieren und Auswaschen des entstandenen Hydroxydniederschlags wird dieser in möglichst wenig heisser, verdünnter Salzsäure (1 : 2) quantitativ aus dem Filter in einen 300 ccm Erlenmeyerkolben gelöst und das Filter mit destilliertem Wasser ausgewaschen. Die gelbgefärbte Lösung von Eisen (3)-chlorid wird zum Sieden erhitzt und solange tropfenweise Zinnchlorür zugegeben, bis sich die gelbe Lösung entfärbt hat. Ein Überschuss von Zinnchlorür ist sorgfältig zu vermeiden. Die farblose Lösung von Eisen (2)-chlorid kühlt man ab. Inzwischen gibt man in eine grosse Porzellanschale 1 Ltr. Wasser und 20 ccm Reinhardt'sche Lösung, rötet diese mit einigen Tropfen Kaliumpermanganat und gibt zu der inzwischen erkalteten reduzierten Eisenlösung 20 - 25 ccm Quecksilberchloridlösung zur Ausfällung des überschüssigen Zinnchlorüres. Es ent-

~~20000~~

steht hierbei eine geringe weisse, seidenartige Fällung von $Hg_2 Cl_2$. Sollte die durch Quecksilberchlorid erzeugte Fällung sehr stark sein oder grau gefärbt sein, so ist die Probe wegen eines zu grossen Überschusses von Stannochlorür zu verwerfen. Die so behandelte Lösung gibt man nun in die Porzellanschale und titriert mit $\frac{n}{10}$ Kaliumpermanganatlösung bis der Farbton, der vor $\frac{10}{10}$ dem Zugliessen der reduzierten Lösung bestand, wieder erreicht worden ist.

$$1 \text{ cem } \frac{n}{10} \text{ K Mn O}_4 = 0,0058 \text{ g Fe.}$$

Erforderliche Lösungen zur Eisentitration.

1.) Stannochlorür.

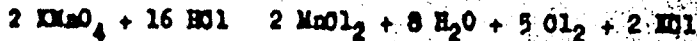
250 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ in 200 cem kons. Salzsäure lösen und mit dest. Wasser auf 2 Liter verdünnen. Vor Luftsauerstoff schützen.

2.) Reinhardt'sche Lösung.

Man löst 67 g Mangansulfat in 500 cem H_2O , fügt 140 cem Phosphorsäure (D = 1,7) und 72 cem Schwefelsäure (D = 1,8) hinzu und verdünnt mit dest. H_2O auf 1 Ltr. Der Zusatz der Reinhardt'schen Lösung bei der Eisentitration ist aus folgenden

Gründen erforderlich:

Freie Salzsäure und auch Metallchloride entfärben Kaliumpermanganatlösung bei Gegenwart von Schwefelsäure unter Bildung von Manganoxylen und Freiwerden von Chlor.



Dieses trifft nicht zu, wenn man Mangansulfat zusetzt.

Um eine auftretende Gelbfärbung durch das bei der Titration in salzsaurer Lösung sich bildende Ferrichlorid zu verhindern, ist der Reinhardt'schen Lösung Phosphorsäure zugesetzt, wodurch sich das ungefärbte Ferriphosphat bildet.

3.) Quecksilberchloridlösung.

50 g $HgCl_2$ auf 1 Ltr. mit dest. H_2O auffüllen.

~~100001~~

b) Säurelösliches Kalzium.

Das zurlokgestellte Filtrat, aus welchem Eisen, Aluminium und Kieselsäure abgetrennt sind, wird bis eben zum Sieden erhitzt. Aus der siedenden ammoniakalischen Lösung wird das Kalzium durch Zufügen von Ammonoxalatlösung als Kalziumoxalat ausgefällt. Man lässt bis zur Klärung der Lösung in der Wärme absetzen filtriert und wäscht erst einige Male mit ammoniakhaltigem Wasser und dann noch einmal mit dest. Wasser aus. Der ausgewaschene Niederschlag wird in heisser, verdünnter Schwefelsäure gelöst und bei ca. 70° mit $\frac{1}{10}$ Kaliumpermanganatlösung bis zur eben bleibender Rotfärbung titriert.

$$1 \text{ cm}^3 \frac{1}{10} \text{ KMnO}_4 = 0,002 \text{ g Ca.}$$

c) Säurelösliches Aluminium.

Weitere 200 ccm des Säureauszuges = 10 g Kieselgur werden in einen 500 ccm Messkolben gebracht und auf ca. 300 ccm verdünnt. Dann wird langsam und unter ständigem Schütteln Natronlauge bis pH = 9,0 zugegeben. Unter strenger Einhaltung des pH = 9,0 wird mit dem Eisen sämtliche vorhandene Kieselsäure ausgefällt, während das Aluminium durch den geringen Überschuss an Natronlauge bereits als Aluminat in Lösung geht. Bei pH = 6,0 ist bereits das Aluminium ebenso das Eisen und die Kieselsäure gefällt. Die Kieselsäure geht erst in einer stärkeren Laugenkonzentration und dann besonders in der Wärme wieder in Lösung. Ist der pH-Wert 9,0 konstant erreicht, so füllt man den 500 ccm Messkolben auf und filtriert durch ein Faltenfilter 250 ccm = 5 g Kieselgur. Diese 250 ccm werden nun mit Ammonchlorid versetzt und so lange gekocht, bis kein Ammoniakgeruch mehr wahrnehmbar ist. Die Umsetzung des Alkalialuminats zu Aluminiumhydroxyd verläuft dabei folgendermassen:



Der entstandene Niederschlag von Aluminiumhydroxyd wird abfiltriert, heiss ausgewaschen bis das Waschwasser keine Chlorreaktionen mehr mit Silbernitratlösung ergibt und das Filter im Platintiegel versacht. Der Rückstand wird als Aluminiumoxyd gewogen.

gef. Menge Al_2O_3 x 0,5291 = Al.

Die Fällung des Aluminiums als Hydroxyd durch Ankochen des Alkalialuminats mit Ammonchlorid ist aus folgenden Gründen der Ammoniakfällung vorzuziehen:

Aluminiumhydroxyd besitzt die Eigenschaft sich in Wasser etwas zu lösen wie alle kolloidalen Substanzen, welche in einer unlöslichen Form als Hydrogel und in einer löslichen Form als Hydrosol vorkommen. Das Hydrosol geht meistens durch Kochen der Lösung in das Hydrogel über, auch durch Zusatz von Salzen. Das Hydrosol des Aluminiumhydrats lässt sich durch Kochen nicht in das Hydrogel verwandeln, sondern nur durch Zusatz von Salzen, am besten von Ammonsalzen. Fällt man daher Aluminium mit Ammoniak als Hydrat aus, so muss man stets einen grossen Überschuss von Ammonchlorid verwenden.

Durch Zusatz von Chlorammonium zu den Aluminaten werden diese versetzt, weil das Ammoniumaluminat durch Wasser vollständig hydrolytisch gespalten wird.

4) Schwefelsäure.

Von der bis pH = 9,0 gebrachten Lösung werden durch ein Faltenfilter 200 cm gleich 4,0 g Kieselgur abfiltriert und mit einigen cm verdünnter Salzsäure versetzt. Nach dem Aufkochen dieser ganz schwach sauren Lösung wird mit einer heissen Lösung von Bariumchlorid unter tropfenweiser Zugabe derselben die Schwefelsäure als Bariumsulfat gefällt. Man lässt bis zur vollständigen Klärung der Lösung ^{in der Wärme} stehen, filtriert den entstandenen Niederschlag von Bariumsulfat ab, wäscht mit heissem Wasser quantitativ aus bis das Waschwasser keine Chlorreaktionen mit Silbernitratlösung

~~9583~~

mehr ergibt (nicht zuviel Wasser bei dem Auswaschen
gebrauchen. Die Löslichkeit des Bariumsulfats ist
ziemlich hoch). Das Filter wird dann in Platintiegel
verascht, gegläht und der Rückstand als Bariumsulfat
gewogen.

gef. Menge \times 0,4115 = BaO_4

Oberhausen - Holten, den 2. August 1939

gez. Roelen.