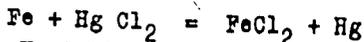


100841-690

Manganometrische Bestimmung von freiem Eisen in reduzierten Kontakten.

(von der Lurgi, mit Schreiben vom 14.3.44).

Etwa 2 - 3 g des reduzierten Kontaktes werden mit einem Quappistill in einem Wägglas unter Kohlensäure zu einem feinen Pulver zerdrückt und auf der Analysenwaage eingewogen. Dann wird das Pulver (alles unter CO_2) mit Hilfe eines kleinen Trichters in ein mit CO_2 gefülltes 100 cm³ Messkölbchen gebracht und sofort soviel gesättigte HgCl_2 -Lösung zugeetzt, dass der Kontakt vollkommen mit Flüssigkeit bedeckt ist. Das leere Wägglas wird mit CO_2 gefüllt zurückgewogen. Dann wird festes HgCl_2 zugegeben und zwar bei Kontakten bis zu 5% freiem Fe 2 g HgCl_2 , bei solchen bis 10% Fe 5 g HgCl_2 , bei 10 - 20% Fe 8 g HgCl_2 und bei 20% Fe 10 g HgCl_2 . Dann wird mit ausgekochtem, destilliertem Wasser auf 50 cm³ verdünnt und der Inhalt des Kölbchens 2 - 3 Minuten lang gekocht, während man in den Kolbenhals einen CO_2 -Strom einleitet. Es findet dann folgende Umsetzung statt:



Enthält der Kontakt viel Kupfer, so muss man dies bei der Zugabe berücksichtigen, da sich das Kupfer in gleicher Weise wie das Eisen mit HgCl_2 untersetzt. Ist nicht genügend HgCl_2 vorhanden, so kann die Umsetzung mit Kupfer bei der CuCl -Stufe steifen bleiben, während CuCl_2 gebildet werden soll. Das CuCl verbraucht aber ebenso wie FeCl_2 Permanganat. Man findet also in diesem Falle zu hohe Eisenwerte.

Hat der Kolbeninhalt 2 - 3 Minuten gekocht, so füllt man bis zur Marke auf, füllt den freien Raum des Kolbenhalses mit CO_2 und kühlt unter guten Umschütteln auf Zimmertemperatur ab. Dann wird nochmals genau auf die Marke aufgefüllt. Jetzt wird der Inhalt des Kolbens in einen Glasstutzen (10 - 15 Liter) unter CO_2 in einen trockenen 250 cm³ Erlenmeyer unter Verwendung eines trockenen Filters und Trichters filtriert. Von dem Filtrat werden 50 cm³ zur Titration mit n/10 KMnO_4 genommen. Vor der Titration gibt man 10 cm³ Reinhardt-Zimmermann-Lösung zu.

Reinhardt-Zimmermann-Lösung.

67 g MnSO_4 werden in 500 cm³ ausgekochtem Wasser gelöst. 138 cm³ H_3PO_4 (D $\frac{1}{4}$ 1,7) und 130 cm³ H_2SO_4 conc. zugegeben und mit Wasser auf 1 Liter aufgefüllt.

Frankfurt am Main, den 14. März 1944.