Verwendung des Wasserstoffsuperoxyds in der Maassanalyse.

Von

Schlossberg.

Von der Erwägung ausgehend, dass Braunstein mittelst Wasserstoffsuperoxyds sich maassanalytisch bestimmen lässt, war die Annahme sehr nahe liegend, dass auch die anderen Salze des Mangans nach Ueberführung derselben in die betreffenden Oxyde sich feststellen lassen werden.

Da das Blei in Bezug auf seinen chemischen Charakter dem Mangan vielfach ähnlich ist, wurden auch die Bleisalze in den Kreis der Untersuchungen gezogen und in ähnlicher Weise wie die Mangansalze bestimmt.

Bestimmung des Mangans in Mangansalzen mittelst Wasserstoffsuperoxyds.

Am leichtesten lässt sich das Metall in Mangansuperoxyd überführen durch Erwärmen der betreffenden Lösung mit Kaliumhydroxyd und Bromwasser:

ferner durch Kaliumhydroxyd und Wasserstoffsuperoxyd in der Kälte:

Da die letztere Ueberführung für diesen Zweck geeignet schien, wurde daher das Wasserstoffsuperoxyd zur Fällung des Mangansuperoxyds gewählt. Versuche, das überschüssige Wasserstoffsuperoxyd durch Abkochen zu zerstören, scheiterten in Folge gegenseitiger Zersetzung. Daher wurde das überschüssige Wasserstoffsuperoxyd nicht entfernt, sondern gleich nach dem Einwirken verdünnte Schwefelsäure bis zur sauren Reaction hinzugesetzt und der Niederschlag von Mangansuperoxyd in weiteren 50 cc Wasserstoffsuperoxydlösung aufgelöst.

Wenn man nun den Ueberschuss an Wasserstoffsuperoxyd durch übermangansaures Kali bestimmt, so muss sich der Mangangehalt der zu untersuchenden Flüssigkeit ergeben, was aus folgender Erwägung hervorgeht.

Von den gebrauchten Mengen des Wasserstoffsuperoxyds dient der eine Theil zur Bildung von Mangansuperoxyd, der andere gleich grosse Theil zum Zersetzen desselben. Es musste die angewandte Menge durch zwei dividirt werden, um die dem Mangangehalt äquivalente Menge Wasserstoffsuperoxyd zu erhalten. Auf diesem Wege lässt sich das Mangan sicher bestimmen.

Zur Controle diene die Bestimmung des Mangans in einem anderen abgemessenen Theil der Lösung nach der gewöhnlichen Methode durch Natriumcarbonat.

I. Analyse: 50 cc der Mangansulfatlösung enthalten:

$$0,1910 \text{ g Mn}_3\text{O}_4 = 0,1376 \text{ g Mn.}$$

II. Analyse: 50 cc obiger Manganlösung enthalten:

$$0,1917 \text{ g Mn}_3\text{O}_4 = 0,1380 \text{ g Mn.}$$

I. Versuch:

Angewandt: 50 cc einer Mangansulfatlösung,

« 100 « der Wasserstoffsuperoxydlösung.

Verbraucht: 20,0 cc Kaliumpermanganat

$$1000 \text{ cc KMnO}_4 = 10,17 \text{ g Fe}$$

$$755 \text{ « « } = 1000 \text{ cc H}_2\text{O}_2.$$

Gefunden: 0,1385 g Mn.

II. Versuch:

Angewandt: 50 cc der Manganlösung,

« 100 « « Wasserstoffsuperoxydlösung.

Verbraucht: 20,1 cc Kaliumpermanganat.

Gefunden: 0,1383 g Mn.

III. Versuch:

Angewandt: 50 cc der Manganlösung,

« 100 « « Wasserstoffsuperoxydlösung.

Verbraucht: 20,1 cc Kaliumpermanganat.

Gefunden: 0,1383 g Mn.

Das Mittel aus den maassanalytischen Bestimmungen des Mangans mittelst Wasserstoffsuperoxyds in 50 cc obiger Manganlösung ergab:
0,1384 g Mn.

Das Mittel aus den gewichtsanalytischen Bestimmungen des Mangans mittelst Natriumcarbonats hat in 50 cc der Lösung ergeben:

$$\mathbf{0,1378 \text{ g Mn.}}$$

$$\text{Differenz} = 0,0006 = 0,43 \text{ } \frac{0}{10}.$$

Mithin hat die Wasserstoffsuperoxydmethode um 0,43 $\frac{0}{10}$ mehr ergeben als die gewichtsanalytische.

Die Befürchtung, dass die aus den Chloridverbindungen beim Lösen des Mangansuperoxyds durch Zusatz von Schwefelsäure frei werdende

Salzsäure wegen ihrer lösenden Wirkung auf Mangansuperoxyd ungenaue oder gar falsche Resultate liefern könnte, hat sich als unzutreffend erwiesen, weil es sich im vorliegenden Versuche um sehr kleine Quantitäten von Salzsäure handelt, welche die Resultate in keiner Weise beeinträchtigen. Die Ausführung geschieht in analoger Weise wie beim Mangansulfat.

Wie die Versuche zeigten, lässt sich das Mangan auch in diesem Falle leicht und bequem feststellen. Doch spielt hier die Concentration des Wasserstoffsuperoxyds eine sehr wichtige Rolle, da ein grosser Ueberschuss desselben schädlich wirkt.

I. Versuch:

Angewandt: 50 cc einer Manganchlorürlösung,
 « 100 « der Wasserstoffsuperoxydlösung.
Verbraucht: 21,2 cc Kaliumpermanganat.
Gefunden: **0,1356 g Mn.**

II. Versuch:

Angewandt: 50 cc der Manganchlorürlösung,
 « 100 « « Wasserstoffsuperoxydlösung.
Verbraucht: 21,0 cc Kaliumpermanganat.
Gefunden: **0,1361 g Mn.**

III. Versuch:

Angewandt: 50 cc der Manganchlorürlösung,
 « 100 « « Wasserstoffsuperoxydlösung.
Verbraucht: 20,9 cc Kaliumpermanganat.
Gefunden: **0,1363 g Mn.**

Die gewichtsanalytisch erzielten Werthe entsprachen völlig den auf maassanalytischem Wege erhaltenen.

I. Analyse: 50 cc der obigen Manganlösung enthalten:
 0,1363 g Mn.

II. Analyse: 50 cc derselben Manganlösung enthalten:
 0,1370 g Mn.

Das Mittel aus den gewichtsanalytischen Bestimmungen des Mangans in 50 cc einer Manganchlorürlösung ergab **0,1366 g Mn.**

Das Mittel aus den maassanalytischen Bestimmungen des Mangans in 50 cc derselben Manganlösung mittelst Wasserstoffsuperoxyds ergab: **0,1360 g Mn.**

Differenz: 0,0006 = 0,44 ‰.

Mithin ist mittelst Wasserstoffsuperoxyds um 0,44 ‰ Mn weniger gefunden worden als gewichtsanalytisch mit Natriumcarbonat.

Bestimmung des Mangans bei Gegenwart anderer Salze mittelst Wasserstoffsuperoxyds.

Die bisherigen Versuche wurden nur an reinen Mangansalzen ausgeführt. Es war aber von Wichtigkeit, zu erfahren, ob die Anwesenheit freier Salzsäure oder ein grosser Ueberschuss anderer Chlorverbindungen hinderlich sei, weil das Mangan in den meisten Fällen in einer salzsauren Lösung oder bei Anwesenheit von überschüssigen Chloriden zu bestimmen ist. In der That zeigte es sich auch, dass ein grosser Ueberschuss an Salzsäure schädlich ist, jedoch lässt sich dieselbe durch Abdampfen auf dem Wasserbade beseitigen. Grössere Schwierigkeiten zeigten sich, wenn erhebliche Mengen von Chlorverbindungen zugegen waren.

Zu 50 cc der Wasserstoffsuperoxydlösung wurden 2 g Chlorkalium hinzugefügt. Durch Zusatz von 2 cc concentrirter Schwefelsäure wurde die Salzsäure frei gemacht und konnte durch Abdampfen auf dem Wasserbade entfernt werden.

Die dabei erzielten Resultate sind recht genau ausgefallen und stimmten mit den bei reinen Manganlösungen gefundenen gut überein.

I. Versuch:

Angewandt 50 cc der Manganchlorürlösung + 2 g KCl,

« 100 « « Wasserstoffsuperoxydlösung.

Verbraucht: 21,1 cc Kaliumpermanganat.

Gefunden: **0,1358 g Mn.**

II. Versuch:

Angewandt 50 cc der Manganchlorürlösung + 3 g KCl,

« 100 « « Wasserstoffsuperoxydlösung.

Verbraucht: 21,0 cc Kaliumpermanganat.

Gefunden: **0,1361 g Mn.**

III. Versuch:

Angewandt 50 cc der Manganchlorürlösung + 3 g KCl,

« 100 « « Wasserstoffsuperoxydlösung.

Verbraucht: 21,3 cc Kaliumpermanganat.

Gefunden: **0,1354 g Mn.**

50 cc reine Manganchlorürlösung enthalten im Durchschnitt

0,1360 g Mn.

Bei Gegenwart von Chlorkalium in derselben Anzahl von Cubikcentimetern obiger Manganlösung wurden gefunden im Durchschnitt

0,1358 g Mn.

Mithin ist in einer mit Chlorkalium versetzten Manganlösung um 0,15 % Mn weniger gefunden worden als in reiner Manganlösung.

Bestimmung des Mangans bei Gegenwart von Eisensalzen mittelst Wasserstoffsuperoxyds.

Da Mangan am häufigsten zu bestimmen ist, wenn Eisensalze zugegen sind, speciell in den Hüttenwerken, wo es sich darum handelt, nur kleine Quantitäten, etwa 1 Mn: 20 Fe nachzuweisen, wurden auch diese Versuche dem entsprechend ausgeführt, indem 50 cc der Manganlösung mit 10 cc der käuflichen Eisenchloridlösung versetzt wurden. Versuche, die Salzsäure in derselben Weise wie bei den Kaliumsalzen frei zu machen, hatten keinen Erfolg. Daher wurde das Eisen nach der bekannten Methode mit Natriumcarbonat und Natriumacetat abgeschieden.

Wenn auch die Resultate bei den mit Eisenchloridsalzen versetzten Manganlösungen die erwarteten Hoffnungen nicht ganz erfüllt haben, so ist doch durch die Versuche gezeigt worden, dass auch in diesem Falle das Mangan sich bis auf 2 mg genau bestimmen lässt. Jedenfalls hat die Bestimmung in der Praxis einen grösseren Werth, wenn es sich um eine ungefähre Manganbestimmung handelt. Es ist aber zu erwarten, dass auch durch eine weitere Vervollkommnung der Methode, worüber ich mir noch weitere Versuche vorbehalte, die ihr anhaftenden Mängel sich beseitigen lassen werden.

I. Versuch:

Angewandt: 50 cc der Manganchlorürlösung + 3 cc einer 10 procentigen
Eisenchloridlösung.

« 100 cc der Wasserstoffsuperoxydlösung.

Verbraucht: 21,5 cc Kaliumpermanganat.

Gefunden: 0,1348 g Mn.

II. Versuch:

Angewandt: 50 cc der Manganchlorürlösung + 5 cc derselben Eisen-
chloridlösung.

« 100 cc der Wasserstoffsuperoxydlösung.

Verbraucht: 21,7 cc Kaliumpermanganat.

Gefunden: 0,1344 g Mn.

III. Versuch:

Angewandt: 50 cc der Manganchlorürlösung + 10 cc derselben Eisen-
chloridlösung.

« 100 cc der Wasserstoffsuperoxydlösung.

Verbraucht: 21,8 cc Kaliumpermanganat.

Gefunden: 0,1340 g Mn.

In 50 cc der Manganlösung + Eisenchlorid sind enthalten im Durch-
schnitt **0,1344 g Mn.**

In 50 cc reiner Manganlösung sind enthalten im Durchschnitt
0,1360 g Mn.

Differenz 0,0016 = 1,17 %.

Mithin ist bei Gegenwart von Eisensalzen um 1,17 % Mn weniger
gefunden worden als in reiner Manganlösung. Die Bestimmung des
Mangans mittelst Wasserstoffsuperoxyds bei Gegenwart von Eisensalzen
ist also ungenau.

Bestimmung des activen Sauerstoffs im Bleisuperoxyd und in der Mennige mittelst Wasserstoffsuperoxyds.

Bekanntlich reagirt Bleisuperoxyd mit saurer Wasserstoffsuperoxyd-
lösung analog dem Mangansuperoxyd nach der Gleichung:

Es war nun sehr nahe liegend, dass Pleisuperoxyd sich in derselben
Weise wie Mangansuperoxyd bestimmen lassen wird. Zunächst wurde
in analoger Weise wie bei den Mangansalzen mit schwefelsaurer Wasser-

stoffsuperoxydlösung gearbeitet, aber trotz erheblichen Zusatzes von Wasserstoffsuperoxyd blieb ein Theil des Bleisuperoxyds ungelöst.

Wie es sich später gezeigt hat, lag die Ursache darin, dass das dabei sich bildende Bleisulfat Bleisuperoxyd mechanisch mitriss und eine vollständige Auflösung des letzteren verhinderte. Es darf also aus dem angeführten Grunde vor dem Versetzen mit Wasserstoffsuperoxyd keine Schwefelsäure verwendet werden. Deshalb wurde eine salpetersaure Wasserstoffsuperoxydlösung dargestellt, die denselben Zweck erfüllte. Der Gang des Versuches verlief in derselben Weise wie bei den Mangansalzen.

0,5—0,7 g Bleisuperoxyd wurden mit der salpetersauren Wasserstoffsuperoxydlösung von bekanntem Gehalte versetzt. Nach erfolgter Lösung des Bleisuperoxyds wurden 10 cc verdünnte Schwefelsäure hinzugefügt, um die sonst eintretenden Gelb- und Rothfärbungen, welche eine genaue Ausführung der Titration erschweren, zu verhindern. Der Ueberschuss an Wasserstoffsuperoxyd wurde mit Kaliumpermanganat zurücktitrirt.

I. Versuch:

Titer des Kaliumpermanganats: 1000 cc $\text{KMnO}_4 = 7,70 \text{ g Fe}$

985 cc $\text{KMnO}_4 = 1000 \text{ cc H}_2\text{O}_2$.

Angewandt $\text{PbO}_2 = 0,4468 \text{ g}$

« 50 cc Wasserstoffsuperoxydlösung

Verbraucht 24 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: activer Sauerstoff $6,21 \frac{0}{0}$.

II. Versuch:

Angewandt $\text{PbO}_2 = 0.5036 \text{ g}$

« 50 cc Wasserstoffsuperoxydlösung

Verbraucht 21,0 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: activer Sauerstoff $6,21 \frac{0}{0}$.

III. Versuch:

Angewandt $\text{PbO}_2 = 0,6141 \text{ g}$

« 50 cc Wasserstoffsuperoxydlösung

Verbraucht 14,6 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: activer Sauerstoff $6,18 \frac{0}{0}$.

Als Vergleichs-Resultate dienen die mittelst Oxalsäure erhaltenen Ergebnisse:

I. Versuch:

Angewandt Bleisuperoxyd = 0,3404 g

« 50 cc Oxalsäure

Verbraucht 8,9 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: activer Sauerstoff 6,13 %.

II. Versuch:

Angewandt Bleisuperoxyd = 0,3637 g

« 50 cc Oxalsäure

Verbraucht 7,6 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: activer Sauerstoff 6,14 %.

Das Mittel aus den Bestimmungen des activen Sauerstoffs mittelst Oxalsäure ergab: **6,13 %**.

Das Mittel aus den Bestimmungen des activen Sauerstoffs im Bleisuperoxyd mittelst Wasserstoffsuperoxyds ergab: 6,20 %.

Differenz 0,07 %.

Mithin hat die Bestimmung mittelst Wasserstoffsuperoxyds um 0,07 % Sauerstoff mehr ergeben als mit Oxalsäure.

Auch der active Sauerstoff der Mennige lässt sich mittelst Wasserstoffsuperoxyds bestimmen, da sie mit Salpetersäure behandelt in Bleisuperoxyd und Bleinitrat zerfällt und sich daher in Salpetersäure und Wasserstoffsuperoxyd ebenso wie Bleisuperoxyd löst.

Der Ueberschuss an Wasserstoffsuperoxyd wurde durch Kaliumpermanganat festgestellt.

I. Versuch:

Angewandt Mennige = 0,9952 g

« 50 cc Wasserstoffsuperoxydlösung

Verbraucht 34,3 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: activer Sauerstoff 1,64 %.

II. Versuch:

Angewandt Mennige = 1,3020 g

« 50 cc Wasserstoffsuperoxydlösung

Verbraucht 30,0 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: activer Sauerstoff 1,62 %.

Controlbestimmung:

Bestimmung des activen Sauerstoffs der Mennige mittelst Oxalsäure:

I. Versuch:

Angewandt Mennige = 1,0392 g

« 50 cc Oxalsäure

Verbraucht 12,5 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: activer Sauerstoff = 1,62 %.

II. Versuch:

Angewandt Mennige = 0,9929 g

« 50 cc Oxalsäure

Verbraucht 13,3 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: activer Sauerstoff = 1,61 %.

Das Mittel aus den Bestimmungen des activen Sauerstoffs in der Mennige mittelst Wasserstoffsuperoxyds ergab: **1,63** %.

Das Mittel aus den Bestimmungen des activen Sauerstoffs in der Mennige mittelst Oxalsäure ergab: **1,62** %.

Differenz: 0,01 %.

Mithin hat die Bestimmung mittelst Wasserstoffsuperoxyds um 0,01 % Sauerstoff mehr ergeben als die bisher übliche Methode mit Oxalsäure.

Bestimmung des Bleies in Bleisalzen mittelst Wasserstoffsuperoxyds.

Weitere Versuche, die Bleisalze in ähnlicher Weise wie die Mangan-
salze zu bestimmen, scheiterten an der Zersetzlichkeit des durch Wasser-
stoffsuperoxyd gefällten Bleisuperoxyds bei Gegenwart von Alkali. Daher
wurde die bekannte Methode benutzt, das Bleisuperoxyd durch Kochen
mit Kaliumhydroxyd und Bromwasser zu fällen.

50 cc der betreffenden Bleilösung wurden mit Kaliumhydroxyd
alkalisch gemacht, mit der entsprechenden Menge Bromwasser versetzt
und $\frac{1}{2}$ Stunde bis zum Kochen erhitzt. Nachdem der Niederschlag
sich vollständig abgesetzt hatte, wurde das Bleisuperoxyd abfiltrirt und
so lange mit heissem Wasser ausgewaschen, bis Silbernitrat keine Trü-
bung mehr hervorrief. Nun wurde das Bleisuperoxyd in ein grosses Becher-
glas gespült, mit Salpetersäure sauer gemacht und mittelst einer sehr
verdünnten Wasserstoffsuperoxydlösung reducirt.

Das überschüssige Wasserstoffsuperoxyd wurde mit Kaliumpermanganat zurücktitriert.

I. Versuch:

Angewandt 50 cc der Bleinitratlösung
 « « « Wasserstoffsuperoxydlösung
 Verbraucht 28,2 cc Kaliumpermanganat
 Erhalten: 0,2996 g Pb.

II. Versuch:

Angewandt 50 cc der Bleinitratlösung
 « « « Wasserstoffsuperoxydlösung
 Verbraucht 28,1 cc Kaliumpermanganat
 Erhalten: 0,3010 g Pb.

III. Versuch:

Angewandt 50 cc der Bleinitratlösung
 « « « Wasserstoffsuperoxydlösung
 Verbraucht 28,3 cc Kaliumpermanganat
 Erhalten: 0,2982 g Pb.

Als Controlanalysen dienen die auf gewichtsanalytischem Wege ausgeführten Bestimmungen durch Fällung der Bleisalze mittelst Schwefelsäure.

I. Analyse:

In 50 cc der Bleilösung gefunden: $0,4380 \text{ PbSO}_4 = 0,2992 \text{ Pb}$.

II. Analyse:

In 50 cc der Bleilösung gefunden: $0,4376 \text{ PbSO}_4 = 0,2989 \text{ Pb}$.

Das Mittel aus den gewichtsanalytischen Bestimmungen in 50 cc einer Bleilösung mittelst Schwefelsäure ergab: 0,2990 g Pb.

Das Mittel aus den maassanalytischen Bestimmungen des Bleies in 50 cc derselben Bleilösung mittelst Wasserstoffsuperoxyds ergab: 0,2996 g Pb.

Differenz: 0,0006 g Pb.

Mithin ist mittelst Wasserstoffsuperoxyds um 0,20 % Pb mehr gefunden worden als mit Schwefelsäure.

Bestimmung des Bleies mittelst Wasserstoffsuperoxyds bei Gegenwart von Kupfer.

Da Blei häufig neben anderen Metallen, am häufigsten neben Kupfer, zu bestimmen ist, so wurde die Methode nach dieser Richtung hin geprüft und es hat sich ergeben, dass die Anwesenheit des Kupfers die Bestimmung des Bleies in keiner Weise beeinträchtigt.

Zur Ausführung des Versuches wurden 50 cc der Bleinitratlösung benutzt, welcher ein grosser Ueberschuss eines Kupfersalzes beigemischt war. Durch Kochen mit Kaliumhydroxyd und Bromwasser wurde das Bleisuperoxyd ausgefällt und, nachdem der Niederschlag sich vollständig abgesetzt hatte, wurde derselbe durch ein grosses Filter filtrirt, ausgewaschen und in ein grosses Becherglas gespült.

Durch Zusatz von Salpetersäure wurde das Kupferoxyd gelöst und das zurückgebliebene Bleisuperoxyd mit einer salpetersauren Wasserstoffsuperoxydlösung reducirt. Durch Zurücktitriren mit Kaliumpermanganat wurde der Ueberschuss an Wasserstoffsuperoxyd bestimmt.

I. Versuch:

Angewandt 50 cc der Bleilösung + 2 g Kupfernitrat

« 50 « « Wasserstoffsuperoxydlösung

Verbraucht 28,3 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: 0,2981 g Pb.

II. Versuch:

Angewandt 50 cc der Bleilösung + 3 g Kupfernitrat

« « « « Wasserstoffsuperoxydlösung

Verbraucht 28,2 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: 0,2996 g Pb.

III. Versuch:

Angewandt 50 cc der Bleilösung + $2\frac{1}{2}$ g Kupfernitrat

« « « « Wasserstoffsuperoxydlösung

Verbraucht 28,1 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: 0,3010 g Pb.

50 cc reine Bleilösung enthalten im Durchschnitt:

0,2996 g Pb.

50 cc obiger Bleilösung bei Gegenwart von Kupfersalzen enthalten im Durchschnitt:

0,2995 g Pb.

Differenz: 0,0001 = 0,03 ‰.

Mithin ist in unreinen Bleilösungen um 0,03 ‰ weniger gefunden worden als in reinen Bleilösungen.

Bestimmung des Bleies mittelst Wasserstoffsuperoxyds bei Anwesenheit verschiedener Metalle.

Liegt ein Gemisch der Schwermetalle vor, so lässt sich das Blei mittelst Schwefelsäure abscheiden. Der Niederschlag wird ohne Verlust in ein Becherglas gebracht, mit Salzsäure gekocht, bis der Niederschlag sich gelöst hat, zur Trockene eingedampft, mit einigen Tropfen Salzsäure und Wasser aufgenommen, mit Kaliumhydroxyd und Bromwasser oxydirt, alsdann mit Salpetersäure sauer gemacht und mittelst Wasserstoffsuperoxyds bestimmt.

Diese Methode besitzt den Vortheil, dass im gegebenen Falle die Anwesenheit anderer Metalle, welcher Art sie auch sein mögen, nicht in Betracht kommt, da das Blei als Bleisulfat abgeschieden wird.

I. Versuch:

Angewandt 50 cc der Bleinitratlösung + 2 g Fe Cl₃ + 2 g KCl
+ 3 g Mn Cl₂

Angewandt 50 cc der Wasserstoffsuperoxydlösung

Verbraucht 28,3 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: 0,2981 g Pb.

II. Versuch:

Angewandt 50 cc der Bleinitratlösung + 2¹/₂ g Fe Cl₃
+ 2¹/₂ g KCl + 3 g Cu (NO₃)₂

Angewandt 50 cc der Wasserstoffsuperoxydlösung

Verbraucht 28,2 cc Kaliumpermanganat

Erhalten: 0,2996 g Pb.

50 cc reiner Bleilösung enthalten im Durchschnitt:

0,2996 g Pb.

50 cc derselben Bleilösung bei Gegenwart anderer Salze enthalten im Durchschnitt:

0,2988 g Pb.

Differenz: 0,0008 = 0,26 ‰.

Mithin ist bei Gegenwart anderer Salze um 0,26 ‰ Pb weniger gefunden worden als in reiner Bleilösung.

Vorliegende Arbeit hat zu folgenden Resultaten geführt:

A) 1. Der Mangengehalt in reinen Mangansalzen lässt sich maassanalytisch genau feststellen, indem man dieselben mit Hilfe von Wasserstoffsuperoxyd in alkalischer Lösung in Mangansuperoxyd überführt und letzteres mit saurer Wasserstoffsuperoxydlösung reducirt. Der Ueberschuss an Wasserstoffsuperoxyd wird mit Kaliumpermanganat zurücktitrirt.

2. Die Anwesenheit freier Salzsäure wirkt zwar schädlich, doch lässt sich dieselbe durch Abdampfen völlig entfernen, so dass die Methode auch beim Vorhandensein von Salzsäure brauchbar ist.

B) 1. Der active Sauerstoff im Bleisuperoxyd und in der Mennige lässt sich analog wie beim Braunstein mittelst Wasserstoffsuperoxyds maassanalytisch bestimmen.

2. In Bleisalzen wird das Blei, nicht wie beim Mangan durch Wasserstoffsuperoxyd, sondern durch Brom und Kaliumhydroxyd in Bleisuperoxyd übergeführt und alsdann mit saurer Wasserstoffsuperoxydlösung reducirt.

3. Liegen Gemische von Blei- und Kupfersalzen vor, so lässt sich der Bleigehalt bestimmen, indem man das Blei in analoger Weise wie bei den reinen Bleilösungen mit Kaliumhydroxyd und Bromwasser oxydirt und das ausgeschiedene Bleisuperoxyd mit saurer Wasserstoffsuperoxydlösung reducirt.

4. In allen Fällen, wo das Blei neben anderen Salzen der Schwermetalle zu bestimmen ist, kann das Blei in Form von Bleisulfat ausgeschieden und nach Ueberführung in Bleisuperoxyd in angegebener Weise bestimmt werden.