

Beitrag Zu Chemischen Analyse

Die in den letzten Jahren sprunghaft gestiegene Ausfuhr von Chromeisenstein, im Folgenden kurz Chromerz genannt, hat zwangsläufig für das chemische Laboratorium des M. T. A. Institutes einen grossen Anfall an Chromerzproben mit sich gebracht.

Die chemische Analyse dieser Proben beschränkt sich im allgemeinen auf die quantitative Bestimmung des Gehaltes an Cr_2O_3 , Fe und Si O_2 , da hiernach die Güte eines Chromerzes in den allermeisten Fällen beurteilt werden kann.

Die bisher gebräuchliche Methode zur Bestimmung des Cr_2O_3 - und Fe - Gehaltes ist aber sehr zeitraubend und ebenso ist auch der Materialverbrauch pro Analyse relativ sehr hoch. Es lag daher der Gedanke nahe, nach einer solchen Abänderung der bisher angewandten Methode zu suchen, wonach eine wesentliche Zeitersparnis und eine ins Gewicht fallende Verminderung der Unkosten erzielt werden konnte.

Im Nachstehenden wird ausführlich eine von mir ausgearbeitete Änderung der bisherigen Methode beschrieben. Durch diese neue Arbeitsweise wird sowohl viel Zeit gespart als auch die Unkosten stark gesenkt.

Sehr oft wird die Frage nur nach dem Cr_2O_3 - Gehalt eines Chromerzes gestellt, wo allem dann, wenn es sich darum handelt, möglichst rasch einen vorläufigen Anhaltspunkt für die Qualität eines Erzes zu gewinnen. Diesen Fall wollen wir mit Fail I. bezeichnen.

Fail 1. Bestimmung Von Cr_2O_3 im Chromerz

0,1 bis 0,2 g des äusserst fein im Achatmörser zerriebenen Erzes werden in eine grosse Pla-

tinschale mit einem Durchmesser von 8-9 cm, Gewicht ca 50 g, eingewogen, ungefähr 5 g Natriumhydroxyd in Perlform hinzugegeben, dieses über dem Bunsenbrenner mit ganz kleiner Flamme zum Schmelzen gebracht und 5 Minuten lang im Fluss erhalten.

Der Boden der Platinschale soll hierbei noch nicht oder höchstens ganz schwach in Rotglut geraten. Hierauf entzündet man die Flamme, lässt die Schmelze erstarren, überschichtet die Schmelze mit ca 7-8 g Natriumsuperoxyd und bringt die Mischung allmählich mit kleiner Flamme zum Schmelzen, wobei wiederum darauf zu achten ist, dass der Boden der Platinschale höchstens zur schwachen Rotglut erhitzt wird. Durch häufiges Umschwenken der Schale wird leicht eine gute Durchmischung erreicht und innerhalb $\frac{1}{2}$ Stunde, gerechnet vom Einschmelzen der 5 g Natriumhydroxyd, ein vollständiger Aufschluss des Chromerzes erzielt, während bei der alten Methode des Aufschlusses im Reinnickeltiegel ein zweites Einschmelzen des verbrannten Filterrückstandes mit Natriumsuperoxyd mit all seinen Unannehmlichkeiten unbedingt nötig war. Nach dem Erstarren der Schmelze wird die Platinschale in ein kaltes Wasserbad gestellt um ein Übersäumen bei der nun folgenden Behandlung der Schmelze mit Wasser zu verhindern. Die Lösung der Schmelze samt dem ausgefallenen Niederschlag wird in ein 1-Liter-Becherglas übergespült und kurze Zeit zum schwachen Sieden erhitzt. Danach wird die Chromatlösung, ohne den Hydroxydniederschlag abzufiltrieren, in ein kaltes Wasserbad gestellt und nach dem Abkühlen auf Zimmertemperatur mit Schwefelsäure 1 : 1 in schwachem Überschusse angesäuert. Die Lösung wird vollkommen klar und

man kann sich hier leicht von der Vollständigkeit des Aufschlusses überzeugen. Nach der alten Methode gab es dagegen kein Kriterium dafür ob der erste Aufschluss von genügender Wirksamkeit gewesen öder nicht, öder ob der Niederschlag quantitativ ausgewaschen war. Es musste vielmehr, wie erwähnt ein zweiter Aufschluss etc. etc. der Sicherheit halber gemzcht werden, was neben der Filtration des ersten Hydroxydniederschlages 5-6 Stunden in Anspruch nahm, eine Zeit, die nach der neuen Arbeitsweise voll eingespart werden kann.

Die mit Schwefelsäure 1 : 1 angesäuerte Lösung wird $\frac{1}{4}$ Stunde lang stehen gelassen, während welcher öfters mit einem Glasstabe umgerührt wird, und kann dann in üblicher Weise titriert werden.

Die Gesamtzeitdauer für eine Cr_2O_3 - Einzelbestimmung beträgt nach der neuen Arbeitsweise maximal 2 Stunden. Bei gleichzeitiger Inangriffnahme mehrerer Bestimmungen tritt eine Verkürzung der Arbeitszeit pro Bestimmung ein.

Der Gewinn an Zeit und Material stellt sich nach der neuen Arbeitsweise noch günstiger bei Fall II., wenn nämlich ausser dem Cr_2O_3 - auch der Fe - Gehalt bestimmt werden soll.

Fall II. Bestimmung Von C_2 C_3 und Fe un Chromerz

Genau wie im Pall I. wird das feinstzerriebene Chromerz in die Platinschale eingewogen, aufgeschlossen in ein Becherglas übergespült, zum Sieden erhitzt und abgekühlt. Hierauf wird der Niederschlag, der das Ferrihydroxyd enthält, durch ein Sdrwarzbandfilter in ein I Liter-Becherglas oder Erlenmeyer abfiltriert und mit heissem Wasser öfters gut ausgewaschen. Das Abfiltrieren und Auswaschen nimmt langstens $\frac{1}{2}$ Stunde in Anspruch, während dieselben Operationen für die 2 voluminösen Niederschläge nach der alten Methode 6-7 Studen erforderten.

Das auf dem Filter befindliche Ferrihydroxyd ist nach dem Auswaschen bereits so rein, dass es ohne Weiteres in verdünnter Salzsäure gelöst und nach der Reduktion in gewöhnlicher Weise titriert werden kann. Auch hierbei ist ein wesentli-

cher Zeitgewinn zu verbuchen, da kaum 15 Minuten für die Eisenbestimmung benötigt werden, während. nach der alten Methode mindestens 2 Umfällungen vor der Titration nötig waren, um das aus dem Tiegel stammende Nickel zu entfernen. Die hierfür aufzuwendende Zeit ist mit mindestens 2 Stunden zu veranschlagen, die jetzt nach der neuen Arbeitsweise ebenfalls eingespart werden können.

Bestimmung Von SiO_2 un Chromerz

Die Aufschlussmethode in der Platinschale mit Natriumhydroxyd und Natriumsuperoxyd lässt sich ebenfalls sehr gut zur Bestimmung der SiO_2 verwerten, wie überhaupt diese Methode überall dort mit grossem Vorteil anzuwenden ist, wo ein alkalischer Aufschluss mit stärksten Mitteln erwünscht ist.

Material - Einsparung

Die neue Arbeitsweise hat neben dem Gewinn an Zeit noch beträchtliche Materialersparnisse im Gefolge und zwar:

- 1) Reinnickeltiegel, die bei Anwendung der alten Methode eine sehr kurze Lebensdauer haben und deshalb kostspielig sind, werden überhaupt nicht mehr gebraucht.
- 2) An Natriumsuperoxyd wird nur noch die Hälfte der bishtigen Menge verwendet.
- 3) Die Anwendung von teuren Ammoniak fällt gänzlch fort.
- 4) Der Verbrauch an Salzsäure wird auf einige ccm eingeschränkt.
- 5) Die Menge des benötigten destillierten Wassers sinkt auf unter die Hälfte des bisherigen Verbrauches.
- 6) Bei Fall I. erübrigen sich Filter vollkommen, bei Fall II. wird nur 1 Filter anstatt 5 bisher benötigt.
- 7) Der Gasverbrauch sinkt unter die Hälfte des bisherigen.
- 8) Glasmaterial wird weniger in Anspruch genommen und damit der allgemeine Bruchschaden zurückgedrängt.

Zum Schlusse will ich noch hervorheben, dass, ganz entgegen einer weitverbreiteten Ansicht, Natriumsuperoxyd anter bestimmten Umständen sehr wohl in einer Platinschale geschmolzen werden darf, ohne dass diese Schale Schaden erleidet.

So beträgt bei genauer Einhaltung obiger Vorschrift der Gewichtsverlust pro Aufschluss O bis 1 mg, in sekenen Ausnahmefällen bis 2 mg. Der Gegenwert dieses Verlustes ist praktisch gleich Null.

Dr. Mergenthaler