

264. Friedrich L. Hahn:
Der Nachweis von Sulfat in Eisen(III)-Lösungen.

[Aus d. Chem. Institut d. Universität Frankfurt a. M.]

(Eingegangen am 12. Mai 1923.)

Bekanntlich hindern Eisen(III)-Salze die quantitative Fällung von Sulfat durch Barium, da sich komplexe Eisen-schwefelsäuren bilden. Es schien wahrscheinlich, daß ein sehr großer Überschuß an Eisen(III)-Salz aus diesem Grunde auch die Empfindlichkeit des qualitativen Sulfat-Nachweises herabsetzen würde. Der Versuch hat dies bestätigt. Die Mengen Sulfat, die man unter sonst gleichen Bedingungen bei Abwesenheit oder Anwesenheit von reichlich Eisen(III)-chlorid nachweisen kann, verhalten sich ungefähr wie 1:5. Die höhere Empfindlichkeit wird aber sofort wieder erreicht, wenn man das Eisensalz durch Zusatz von Hydrazin oder Hydroxylamin reduziert. Das ist recht wichtig, wenn man Eisenoxyd auf einen Gehalt an Sulfat prüfen will. Bei Anwendung von 0.4—0.8 g Fe_2O_3 wird man, ohne zu reduzieren, nur einen Gehalt von etwa 0.1% SO_3 nachweisen können, aber sicher noch 0.02%, falls man vorher reduziert. Aluminiumchlorid scheint die Empfindlichkeit des Sulfat-Nachweises nicht merklich herabzusetzen; auch Chrom(III)-Salz in solchen Mengen, daß die Lösung noch durchsichtig bleibt, stört nicht.

Versuche.

Lösungen: Sulfat: Ammoniumsulfat, $\frac{1}{100}$ -molar. — Eisen: Eisen(III)-chlorid, molar. — Salzsäure: 2-n. — Barium: Bariumchlorid, 0.5-molar; hiervon wurde stets 1 ccm zugegeben.

Nr.	Angewandt ccm				Reaktion
	Sulf.	HCl	Fe	H ₂ O	
1.	1	—	—	8	deutlich
2.	0.5	—	—	8.5	schwach
3.	1	5	—	3	deutlich
4.	0.5	5	—	3.5	sehr schwach
5.	1	8	—	—	deutlich
6.	0.5	8	—	0.5	eben erkennbar
7.	0.2	8	—	—	erst nach 10 Min. schwache Trübung
8.	1	—	8	—	merklich
9.	0.5	—	3	5.5	sofort merklich
10.	0.5	—	4	4.5	nach { schwach } der Unterschied 3—10 { sehr schwach } ist nicht Min. { ganz gering } sehr sicher dauernd nichts; nach der Reduktion deutlich.
11.	0.5	—	5	3.5	
12.	0.5	—	6	2.5	
13.	0.5	—	8	0.5	
14.	0.5	—	10	—	

Zur Reduktion wurden die Lösungen tropfenweise mit Hydrazin-Hydrat versetzt und erwärmt; der zunächst ausfallende braune Niederschlag verschwindet, und unter lebhafter Gasentwicklung färbt sich die Lösung heller. Allmählich wird der ausfallende Niederschlag dann hellgrau und die Lösung fast farblos. Hat man etwas zu viel Hydrazin zugegeben, so daß eine schwache Eisen-Trübung bestehen bleibt, so kann man sie durch ein paar Tropfen verd. Salzsäure wieder beseitigen. Die Sulfat-Trübung ist dann bei den angegebenen Verhältnissen schon in der Wärme deutlich zu erkennen. Statt des Hydrazin-Hydrates kann man der Lösung auch Hydroxylamin-Hydrochlorid und dann tropfenweise Ammoniak-Lösung zusetzen. Diese Reagenzien wurden selbstverständlich auf Sulfatfreiheit geprüft.

Den HHrn. W. Ruß und H. Wiederhold bin ich für sorgfältige Hilfe bei den Versuchen (auch einigen der vorstehenden Arbeit) zu Dank verpflichtet.