

Nr. 45

Hauptlaboratorium

Ober.-Holten, den 27.3.39.

Natronsalpeter.

1. Wasser
2. Wasserunlöslicher Rückstand
3. Chlorid
4. Sulfat
5. Nitrit
6. Carbonat
7.  $\text{NH}_3$
8. Ges. N und  $\text{NaNO}_3$
9. Eisen, Aluminium
10. Siebanalyse

1. Wasser

50 g werden in einer Porzellanschale mit flachem Boden ( Ø 80 mm, h 30 mm ) zwei Stunden lang im Trockenschrank bei 110° getrocknet. Nach dem Erkalten im Exsikkator wägt man zurück und berechnet den Wassergehalt aus der Gewichtsabnahme.

Berechnung.  $H_2O = \frac{\text{Gewichtsverlust in g} \cdot 100}{\text{Einwage in g}} \%$

Beispiel. Einwage 50 g

Schale mit Salz vor dem Trocknen	=	107,3895 g
" " " nach " "	=	107,1792 g
Gewichtsverlust	=	0,2103 g

$H_2O = \frac{0,2103 \cdot 100}{50} = 0,4206 \%$

$H_2O = 0,42 \%$

2. Wasserunlöslicher Rückstand.

100 g Salz werden in etwa 300 - 400 cm<sup>3</sup> heissem dest. Wasser gelöst. Dann filtriert man die Lösung quantitativ durch einen Schottischen Glasfiltertiegel 1 G4, der an Saugflasche und Wasserstrahlpumpe angeschlossen ist, und wäscht den Rückstand mit heissem, dest. Wasser gut aus, worauf der Tiegel 3 Stunden im Trockenschrank bei 105° getrocknet wird. Die Gewichtszunahme des vorher ebenfalls bei 105° getrockneten und nach dem Erkalten im Exsikkator gewogenen Tiegels ergibt direkt den unlöslichen Rückstand in %.

Beispiel.

Glasfiltertiegel mit Rückstand	=	25,9856 g
" " " tariert	=	25,9615 g
Gewichtszunahme	=	0,0241 g

Wasserunlöslicher Rückstand = 0,024 %

3. Chlorid.a) Mit Silbernitrat nach Volhard.

Man löst je nach dem Chloridgehalt 5 - 25 g Salz in wenig heissem dest. Wasser, filtriert in einen 250 cm<sup>3</sup>-Erlenmeyerkolben, wäscht das Filter mit heissem Wasser gut aus und versetzt das Filtrat nach dem Ansäuern mittels etwas konz. Salpetersäure mit einer genau gemessenen, vom Chlorgehalt der Probe abhängigen Menge  $\frac{n}{10}$ -Silbernitratlösung im Überschuß. Dann gibt man nach dem Abkühlen 5 cm<sup>3</sup> kalt ~~kalt~~ gesättigte Ferriammonialaunlösung als Indikator zu und titriert den Überschuß an Silbernitrat mit  $\frac{n}{10}$ -Lösung von Ammoniumrhodanid zurück, bis der rötliche Farbton des Eisenrhodanids nach kräftigem Umschütteln nicht mehr verschwindet. Die Titration soll mit möglichst kalten Lösungen erfolgen. Bei geringen Mengen an Chlorid (z.B. unter 0,1 % Cl) führt man die Bestimmung zweckmässiger nach der mercurimetrischen Methode (s.u.) aus.

Berechnung.  $1 \text{ cm}^3 \frac{n}{10} \text{ AgNO}_3 = 0,003546 \text{ g Cl}$   
 $= 0,005845 \text{ g NaCl}$

$$\text{NaCl} = \frac{\text{verbr. cm}^3 \frac{n}{10} \text{ AgNO}_3 \cdot 0,005845 \cdot 100}{\text{Einwage in g}} \%$$

$$\text{Cl} = \frac{\text{verbr. cm}^3 \frac{n}{10} \text{ AgNO}_3 \cdot 0,003546 \cdot 100}{\text{Einwage in g}} \%$$

Beispiel. Einwage 10,0 g Salz

$$\begin{aligned} \text{vorgelegt} &= 10,00 \text{ cm}^3 \frac{n}{10} \text{ AgNO}_3 \\ \text{zurücktitriert} &= 4,35 \frac{n}{10} \text{ NH}_4 \cdot \text{SCN} \\ \hline \text{Verbraucht} &= 5,65 \text{ cm}^3 \frac{n}{10} \text{ AgNO}_3 \\ \hline \text{NaCl} &= \frac{5,65 \cdot 0,005845 \cdot 100}{10} = 0,3303 \% \\ \text{Cl} &= \frac{5,65 \cdot 0,003546 \cdot 100}{10} = 0,2003 \% \\ \hline \text{NaCl} &= 0,33 \%, \text{ Cl} = 0,20 \% \end{aligned}$$

- 4 -

b) Mit Mercurinitrat.

Man löst je nach dem Chlorgehalt des Natronsalpeters 5 - 25 g Salz in dest. Wasser und füllt in einem 100 cm<sup>3</sup>-Meßkolben bis zur Marke auf. Darauf filtriert man durch ein Faltenfilter in einen trockenen Kolben und bringt 25 cm<sup>3</sup> des farblosen Filtrats in einen 100 cm<sup>3</sup>-Erlenmeyerkolben. Man säuert mit einigen Tropfen reiner konz. Salpetersäure vorsichtig an und erhitzt kurze Zeit zum Sieden, um die Kohlensäure zu entfernen. Nach dem Abkühlen wird ein Tropfen 1 %ige alkoholische Diphenylcarbazonlösung zugesetzt und mit 2n Kalilauge bis zur eben bleibenden Rotfärbung vorgesetzt. Den Überschuß an Lauge nimmt man nun mit  $\frac{n}{5}$  HNO<sub>3</sub> tropfenweise bis zur Entfärbung weg, versetzt jetzt mit 1 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{5}$  Salpetersäure und 6 Tropfen Diphenylcarbazonlösung und titriert die klare, schwach gelb gefärbte Lösung mit  $\frac{n}{100}$  - Mercurinitratlösung, die gegen chemisch reines Natriumchlorid eingestellt worden ist, bis zur deutlichen Violettfärbung.

$$\begin{aligned} \text{Berechnung.} \quad 1 \text{ cm}^3 \frac{n}{100} \text{ Hg(NO}_3)_2 &= 0,0005845 \text{ g NaCl} \\ &= 0,0003546 \text{ g Cl} \end{aligned}$$

$$\text{NaCl} = \frac{\text{verbr. cm}^3 \frac{n}{100} \text{ Hg(NO}_3)_2 \cdot 0,0005845 \cdot 100 \cdot 100}{\text{angew. cm}^3 \text{ Verdünnung} \cdot \text{Einwage in g}} \%$$

$$\text{Cl} = \frac{\text{verbr. cm}^3 \frac{n}{100} \text{ Hg(NO}_3)_2 \cdot 0,0003546 \cdot 100 \cdot 100}{\text{angew. cm}^3 \text{ Verdünnung} \cdot \text{Einwage in g}} \%$$

Beispiel. Einwage: 20 g/100 cm<sup>3</sup>

Angewandt: 25 cm<sup>3</sup>

Verbraucht: 4,21 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{100}$  Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>

$$\text{NaCl} = \frac{4,21 \cdot 0,0005845 \cdot 100 \cdot 100}{25 \cdot 20} = 0,04922 \%$$

$$\text{Cl} = \frac{4,21 \cdot 0,0003546 \cdot 100 \cdot 100}{25 \cdot 20} = 0,02985 \%$$

NaCl = 0,049 %; Cl = 0,030 %



- 6 -

Beispiel. Tiegel mit BaSO<sub>4</sub> = 8,2958 g  
 " leer = 8,2621 g  
 gef. BaSO<sub>4</sub> = 0,0337 g

Einwage = 25 g Natronsalpeter.

$$\text{SO}_3 = \frac{0,0337 \cdot 0,3430 \cdot 100}{25} = 0,04624 \%$$

$$\text{Na}_2\text{SO}_4 = \frac{0,0337 \cdot 0,6086 \cdot 100}{25} = 0,08203 \%$$

$$\underline{\text{SO}_3 = 0,046 \%; \text{Na}_2\text{SO}_4 = 0,082 \%}$$

Anmerkung.

Zur Nachprüfung wurden 100 g chem. reines Natriumnitrat in dest. Wasser gelöst und mit 5 cm<sup>3</sup> einer Auflösung von 2,6100 g chem. rein. Ammonsulfat in 500 cm<sup>3</sup> dest. Wasser versetzt. Das Salz enthält dann

$$0,0158 \% \text{ SO}_3 \text{ oder}$$

$$0,0261 \% (\text{NH}_4)_2 \text{ SO}_4$$

Die folgende Zusammenstellung zeigt, daß man nur dann richtige Werte findet, wenn man das Salz vorher mehrere Male mit konz. HCl abraucht und die Fällung von BaSO<sub>4</sub> über Nacht, d.h. 12 - 15 Stunden stehen läßt.

ber. SO<sub>3</sub> = 0,0158 %

Vers. Nr.	Behandlung der Probe	gef. g BaSO <sub>4</sub>	gef. % SO <sub>3</sub>
1	Sofort gefällt, BaSO <sub>4</sub> nach		
	80 Min. filtriert. Im	0,0017	0,0006
	Filtrat nach 48 Std.	0,0202	0,0069
2	Sa.	0,0219	0,0075
	Sofort gefällt, BaSO <sub>4</sub> nach 15 Std. filtriert	0,0225	0,0077
3	Mit konz. HCl abgeraucht nach 80 Min. filtriert	0,0327	0,0112
4	Mit konz. HCl abgeraucht nach 15 Std. filtriert	0,0455	0,0156

5. Nitrit.

Man löst 25 g Natronsalpeter in nitritfreiem Wasser, erhitzt zum Sieden und filtriert in einem 500 cm<sup>3</sup>-Meßkolben. Nach dem Auswaschen des Filters und dem Abkühlen des Filtrats wird der Meßkolben bis zur Marke aufgefüllt. Dann stellt man sich eine weitere Verdünnung her, die dem Nitritgehalt des Natronsalpeters angepasst ist, z.B. 25/500 cm<sup>3</sup>, und versetzt in mehreren gleichen Reagensgläsern verschiedene, mit der Bürette abgemessene Mengen dieser Verdünnung mit je 10 cm<sup>3</sup> Nitritreagens und soviel nitritfreiem Wasser, daß das Endvolumen 60 cm<sup>3</sup> beträgt.

Nach etwa einstündigem Stehen vergleicht man den entstandenen roten Farbton mit einer Lösung, die man in einem gleichen Reagensglas aus 50 cm<sup>3</sup> reinem, nitritfreiem Wasser, 10 cm<sup>3</sup> Nitritreagens und soviel von der Nitritvergleichslösung (s.u.) herstellt, daß nach etwa einstündigem Stehen derselbe Farbton entstanden ist.

Über die Herstellung des Nitritreagens und der Nitritvergleichslösung sowie über nitritfreies Wasser ist bereits bei der Bestimmung des Nitritgehaltes von Ammonnitrat das Erforderliche gesagt. Man verfährt hier genau so, wie dort angegeben ist, geht jedoch bei der Herstellung von Nitritvergleichslösung nicht von 4,31 g, sondern von genau 4,0 g NaNO<sub>2</sub> aus, so daß 1 cm<sup>3</sup> der Vergleichslösung 0,01 mg NaNO<sub>2</sub> entspricht.

Man achte auch hier darauf, daß man die Verdünnung gegebenenfalls so weit treiben muß, daß der entstehende rote Farbton nur so tief gefärbt ist wie er einem Verbrauch von höchstens 2cm<sup>3</sup> Vergleichslösung, d.h. bis höchstens 0,02 mg NaNO<sub>2</sub>, entspricht.

Berechnung.

$$1 \text{ cm}^3 \text{ NaNO}_2 \text{ - lösg.} = 0,00001 \text{ g NaNO}_2$$

$$\text{NaNO}_2 = \frac{\text{verbr. cm}^3 \text{ NaNO}_2\text{-lösg.} \cdot 0,00001 \cdot 100}{\text{angew. Menge Salz in g}} \%$$

Beispiel:a) Natronsalpeter mit wenig  $\text{NaNO}_2$ .

Einwage: 25 g/500 davon 25/500/30

Angewandt:  $\frac{25 \cdot 25 \cdot 30}{500 \cdot 500} = 0,075$  g NatronsalpeterVerbraucht:  $0,18 \text{ cm}^3$   $\text{NaNO}_2$ -Lösung.

$$\text{NaNO}_2 = \frac{0,18 \cdot 0,00001 \cdot 100}{0,075} = 0,0024 \%$$

$$\underline{\text{NaNO}_2 = 0,0024 \%}$$

b) Natronsalpeter mit viel  $\text{NaNO}_2$ .

Einwage: 25 g/500, davon 25/500, davon 50/500/40

Angewandt:  $\frac{25 \cdot 25 \cdot 50 \cdot 40}{500 \cdot 500 \cdot 500} = 0,01$  g NatronsalpeterVerbraucht:  $1,28 \text{ cm}^3$   $\text{NaNO}_2$ -Lösung.

$$\text{NaNO}_2 = \frac{1,28 \cdot 0,00001 \cdot 100}{0,01} = 0,128 \%$$

$$\underline{\text{NaNO}_2 = 0,13 \%}$$

6. Carbonat.

Man löst je nach dem Carbonatgehalt des Salzes 10 - 100 g Natronsalpeter in etwa  $200 \text{ cm}^3$  dest. Wasser, erhitzt zum Sieden und filtriert von den Verunreinigungen in einem  $500 \text{ cm}^3$ -Erlenmeyerkolben ab. Nach dem Auswaschen des Filters mit dest. Wasser titriert man das Filtrat nach Zusatz von Methylorange mit  $\frac{n}{10}$  Schwefelsäure bis zum Farbumschlag.

Berechnung.

$$1 \text{ cm}^3 \frac{n}{10} \text{ H}_2\text{SO}_4 = 0,0053 \text{ g Na}_2\text{CO}_3$$

$$\text{Na}_2\text{CO}_3 = \frac{\text{verbr. cm}^3 \frac{n}{10} \text{ H}_2\text{SO}_4 \cdot 0,0053 \cdot 100}{\text{Einwage in g}} \%$$

Beispiel.

Einwage: 30,0 g Natronsalpeter  
Verbraucht: 2,40 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{10}$  H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

$$\text{Na}_2\text{CO}_3 = \frac{2,40 \cdot 0,0053 \cdot 100}{30} = 0,0424 \%$$

$$\underline{\text{Na}_2\text{CO}_3 = 0,042 \%$$

7. Ammoniak.

Man löst je nach dem Ammoniakgehalt des Salzes eine bestimmte Menge Natronsalpeter in reinem dest. Wasser und versetzt mit Neßlers Reagens; die entstandene Färbung vergleicht man mit demselben Farbton, den man mit einer Ammoniakvergleichslösung aus Ammonium-<sup>chlorid</sup> erhalten hat.

Z.B. löst man 25 g Natronsalpeter unter Erwärmen in 250 cm<sup>3</sup> ammoniakfreiem, reinem Wasser, filtriert von den Verunreinigungen, die nicht in Lösung gehen, ab und füllt das Filtrat nach dem Auswaschen des Filters in 500 cm<sup>3</sup>-Meßkolben mit dest. Wasser bis zur Marke auf. 500 cm<sup>3</sup> dieser Lösung verdünnt man nochmals auf 500 cm<sup>3</sup> und versetzt nun 50 cm<sup>3</sup> dieser zweiten Verdünnung in einem großen Reagensglas mit 10 cm<sup>3</sup> verd. Neßlerschem Reagens.

In einem zweiten Reagensglas versetzt man 10 cm<sup>3</sup> Neßlers Reagens und 50 cm<sup>3</sup> reines Wasser mit soviel einer Ammoniakvergleichslösung, daß die gleiche Färbung entsteht. Man bedient sich einer Mikrobürette von 10 cm<sup>3</sup> Inhalt mit einer 0,02 cm<sup>3</sup>-Teilung und wählt die Verdünnung des Natronsalpeters so, daß man höchstens 0,6 cm<sup>3</sup> der Vergleichslösung verbraucht, da der Farbton anderenfalls zu dunkel wird.

Über die Herstellung des Neßlerschen Reagens sowie der Ammoniakvergleichslösung ist an anderer Stelle das Erforderliche gesagt worden. (Vgl. Bestimmung kleiner Ammoniakmenge im Gas)!

Berechnung.

1 cm<sup>3</sup> Vergleichslösung = 0,1 mg NH<sub>3</sub>

$$\text{NH}_3 = \frac{\text{verbr. cm}^3 \text{ Vergleichslösung} \cdot 0,0001 \cdot 100}{\text{Einwage in g}} \%$$

Beispiel.

Einwage: 25 g/500/50 = 2,5 g

50/500/50 = 0,25 g Salz

Verbraucht: 0,18 cm<sup>3</sup> Vergleichslösung

$$\text{NH}_3 = \frac{0,18 \cdot 0,0001 \cdot 100}{0,25} = 0,0072 \%$$

$$\underline{\text{NH}_3 = 0,0072 \%$$

8. Gehalt an Natriumnitrat und Stickstoff.

a) Durch Differenzrechnung.

Der Gehalt an Natriumnitrat ergibt sich aus der Differenz:

$$100 - \% \text{H}_2\text{O} - \% \text{Verunreinigungen} = \% \text{NaNO}_3$$

Der Stickstoffgehalt ergibt sich aus dem Gehalt an Natriumnitrat durch Multiplikation mit dem Faktor

$$\frac{14,008}{85,005} = 0,1648 \text{ (log = 0,21 694-1)}$$

Handelt es sich um serienmäßige Bestimmungen eines Natronsalpeters, dessen Gehalt an Verunreinigungen ziemlich konstant ist, so genügt es, vor allem wenn der absolute Gehalt an Verunreinigungen nicht sehr hoch ist, wenn man durch Bestimmung der Verunreinigungen in mehreren Proben hintereinander einen Mittelwert feststellt und mit diesem rechnet.

Beispiel.

Gef. H<sub>2</sub>O = 0,42 %

Verunreinigungen:

Wasserunlös. Rückstand = 0,024 %

NaCl = 0,049

Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> = 0,082

NaNO<sub>2</sub> = 0,002

Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> = 0,042

Sa. = 0,199 = 0,20 %

$$\text{NaNO}_3 = 100 - 0,42 - 0,20 = 99,38 \%$$

$$\text{N} = 99,38 \cdot 0,1648 = 16,38 \%$$

$$\underline{\text{Natriumnitrat} = 99,38 \%$$

$$\underline{\text{Stickstoff} = 16,38 \%$$

b) Durch Bestimmung des Stickstoffs mittels Devardascher Legierung.

Man löst genau 20 g Natronsalpeter in dest. Wasser in einem 500 cm<sup>3</sup>-Meßkolben, füllt bis zur Marke auf und verdünnt 50 cm<sup>3</sup> dieser Lösung, entsprechend 2 g Salz, in einem 750 cm<sup>3</sup>-Erlenmeyerkolben mit etwa 250 cm<sup>3</sup> dest. Wasser. Dann setzt man 50 cm<sup>3</sup> 30 %iger Natronlauge und zuletzt 10 g feingepulverte Devardasche Legierung (45 % Aluminium, 50 % Kupfer, 5 % Zink) zu und schliesst den Kolben sofort an einen Destillationsaufsatz an, der in einen Erlenmeyerkolben mit einer Vorlage von 25 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{7}$  Schwefelsäure und 50 cm<sup>3</sup> dest. Wasser taucht. Bei der angegebenen Konzentration der Lauge ist die Reaktion nicht zu stürmisch, so daß sie durch Kühlen nicht gemindert zu werden braucht.

Nach etwa 10 Minuten, wenn die erste Einwirkung nachgelassen hat, erhitzt man mit kleiner, später mit stärkerer Flamme, bis der Kolbeninhalt nach weiteren 15 Minuten ins Sieden geraten ist, und destilliert nunmehr ~~im Laufe einer Stunde so weit ab, daß sich im Kolben nur~~ noch ein Rest von etwa 80 cm<sup>3</sup> Flüssigkeit befindet. Die Legierung ist dann zum grossen Teil in Lösung gegangen.

Dann hebt man das Destillationsrohr aus der Vorlage, spült es mit dest. Wasser ab und fixiert nach vollständigem Erkalten der Vorlage den Überschuss an Schwefelsäure mit  $\frac{n}{7}$  Natronlauge und einigen Tropfen p-Nitrophenollösung als Indikator bis zur deutlichen Gelbfärbung zurück.

~~Der Indikator wird durch Auflösen von 2g p-Nitrophenol in 100 cm<sup>3</sup> Alkohol hergestellt.~~

Berechnung.

$$\begin{aligned} 1 \text{ cm}^3 \frac{n}{7} \text{ H}_2\text{SO}_4 &= 0,014008 \text{ g N} \\ &= 0,085005 \text{ g NaNO}_3 \end{aligned}$$

$$N = \frac{\text{verbr. cm}^3 \frac{n}{T} \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 0,014008 \cdot 100}{\text{Einwage in g}} \%$$

$$\text{NaNO}_3 = \frac{\text{verbr. cm}^3 \frac{n}{T} \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 0,085005 \cdot 100}{\text{Einwage in g}} \%$$

Beispiel.

Angewandt = 20 g/500/50 = 2 g NaNO<sub>3</sub>

Vorgelegt = 25,00 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{T}$  H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Zurücktitriert = 1,60 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{T}$  NaOH

Verbraucht = 23,40 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{T}$  H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

$$N = \frac{23,40 \cdot 0,014008 \cdot 100}{2} = 16,39 \%$$

$$\text{NaNO}_3 = \frac{23,40 \cdot 0,085005 \cdot 100}{2} = 99,46 \%$$

$$\text{Chem. reines NaNO}_3 \text{ enthält } \frac{14,008 \cdot 100}{85,005} = 16,48 \% N.$$

9. Eisen und Aluminium.

Man löst je nach dem Gehalt an Eisen und Aluminium 10 - 100 g Natronsalpeter in etwa 250 cm<sup>3</sup> dest. Wasser, versetzt mit einigen cm<sup>3</sup> konz. Salpetersäure und erhitzt zum Sieden. Nachdem man von den mechanischen Verunreinigungen filtriert hat, fällt man im Filtrat Eisen und Aluminium durch Zusatz von konz. Ammoniak aus, filtriert heiß und wäscht mit heißem Wasser aus. Dann verascht man das Filter, glüht im Porzellantiegel und wägt nach dem Erkalten im Exsikkator die Summe von Eisen und Aluminiumoxyd.

Die Menge der mit Ammoniak gefällten Hydroxyde bestimmt den weiteren Gang der Analyse. Bei Vorhandensein von viel Eisen schliesst man das Oxydgemisch durch Schmelzen mit Kaliumbisulfat im Porzellantiegel auf, reduziert das Eisen mit Zink und Schefelsäure und titriert anschließend in der Wärme mit  $\frac{n}{100}$  - bzw. mit  $\frac{n}{10}$  - Kaliumpermanganatlösung bis zur Rotfärbung.

Ist die Menge des Eisenhydroxyds jedoch nur gering, so bestimmt man in einer besonderen Probe das Eisen Kalorimetrisch mit Rhodankalium, wobei im einzelnen auf die

Bestimmung von Eisen und Aluminium in Ammonitrat ver-  
wiesen sei.

Beispiel.

a) Natronsalpeter mit viel Eisen.

Angewandt: 20 g

Gefunden: 0,0238 g  $Fe_2O_3 + Al_2O_3$

Verbraucht: 24,80 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{100} KMnO_4$

$$Fe_2O_3 = \frac{24,80 \cdot 0,0007984 \cdot 100}{20} = 0,099 \%$$

$$Al_2O_3 = \frac{0,0238 \cdot 100}{20} - 0,099 = 0,020 \%$$

$$Fe = \frac{24,80 \cdot 0,0005584 \cdot 100}{20} = 0,069 \%$$

$$Fe_2O_3 + Al_2O_3 = 0,12 \%$$

$$Fe = 0,069 \%$$

$$Al_2O_3 = 0,02 \%$$

b) Natronsalpeter mit wenig Eisen.

I) Angewandt: 100 g

Gefunden: 0,0084 g  $Fe_2O_3 + Al_2O_3$

II) ~~Angewandt: 100 g/500 cm<sup>3</sup> 50/500/20 cm<sup>3</sup> = 0,4 g~~

Verbraucht: 2,08 cm<sup>3</sup> Vergleichslösung (kalorimetrisch)  
1 cm<sup>3</sup> Vergleichslösung = 0,00001 g Fe

$$Fe_2O_3 + Al_2O_3 = 0,0084 \%$$

$$Fe = \frac{2,08 \cdot 0,00001 \cdot 100}{0,4} = 0,0052 \%$$

$$Fe_2O_3 = 0,0074 \% \quad Al_2O_3 = 0,001 \%$$

$$Fe_2O_3 + Al_2O_3 = 0,0084 \%$$

$$Fe = 0,0052 \%$$

$$Al_2O_3 = 0,001 \%$$

10. Siebanalyse.

Zur Siebanalyse verwendet man einen Siebsatz mit folgenden Siebgrößen (nach DIN 1171):

Gewebe Nr.	Maschenzahl je cm <sup>2</sup>	Maschenweite in mm
2	4	3,0
3	9	2,0
6	36	1,0
12	144	0,5
30	900	0,2
60	3600	0,1

Man trocknet etwa 300 - 400 g Natronsalpeter zwei Stunden im Trockenschrank bei 105°, zerdrückt vorsichtig die beim Trocknen zufällig zusammengebackenen Agglomerate, ohne aber die wirkliche Struktur des Salzes zu verändern, und sibt nun die Gesamtmenge des Salzes nacheinander auf den einzelnen Sieben ab, wobei man jeweils den auf jedem Sieb verbleibenden Rückstand wiegt, zuletzt natürlich auch den Anteil kleiner als 0,1 mm.

Nach der Gleichung  $\frac{\text{Menge der Fraktion in g} \cdot 100}{\text{Gesamtmenge in g}} = \%$

erhält man durch Auswiegen der einzelnen Siebfraktionen auch deren Anteil an der Zusammensetzung, die man in nachfolgender Weise zusammenfasst:

Siebfraktion	Menge in g	Anteil in %	
> 3 mm	2,3	0,6	Gesamtmenge = 358,1 g
3-2	8,6	2,4	
2-1	47,5	13,3	
1-0,5	86,9	24,3	
0,5-0,2	173,2	48,4	
0,2-0,1	30,5	8,5	
< 0,1	9,1	2,5	
	358,1		