

wurde im Laboratorium des Einen von uns 2,1% As gefunden. Da-  
nach dürfte ein derartiger Einfluß des Arsengehaltes wohl kaum  
in Betracht zu ziehen sein. Da über das Vorkommen von Selen-  
und Bleiverbindungen in den Gasen nach dem Eisenoxydkontakt  
(bzw. nach der ersten Absorption) bisher von anderer Seite keinerlei  
Angaben vorliegen (auch nicht von Winteler, obwohl nach  
seiner Angabe die Anlage in Buffalo ebenfalls Rio Tinto-Kies ver-  
wendet), so ist auch der mögliche Einfluß dieser Verunreinigungen,  
besonders des Selens, auf den Verlauf des Prozesses bisher kaum  
in Betracht gezogen worden. Naturgemäß läßt sich über diese Frage  
erst nach Ausführung besonderer Versuche Genaueres sagen<sup>41).</sup>

In einer späteren Abhandlung sollen die Ergebnisse der über  
die Reinigung der vom Ventilator kommenden Gase (vor Eintritt  
in den Platinkontakt) und besonders über die Art der Wirkung  
der als Reinigungsmasse verwendeten Hochofenschlacke durchge-  
führten Untersuchungen mitgeteilt werden. [A. 59.]

## Messung von Chlor in kieselsäurehaltigen Mischungen (Waschmitteln usw.).

Von Dr. G. BRUHNS, Charlottenburg.  
(Eingeg. 10.5. 1918.)

In Fachkreisen scheint die Meinung vorzuherrschen, man könne  
Chlor nach dem Verfahren von Mohr mittels Silberlösung und  
Chromat als Endanzeiger nicht messen, wenn Kieselsäure zugegen  
ist, weil diese sich mit Silber verbinde und somit das Ergebnis  
erhöhe.

Da ich häufig in stark kieselsäurehaltigen Wässern das Chlor  
auf diese Weise gemessen hatte, ohnē auf einen etwaigen, durch  
die Säure verursachten Fehler aufmerksam zu werden, so war mir  
die Entscheidung der Frage nach dem Einfluß der Kieselsäure bei  
der Chlorbestimmung von Wichtigkeit, und ich stellte deshalb die  
folgenden Versuche hierüber an.

1. 50 g einer Wasserglasflüssigkeit (spez. Gew. 1,2468) wurden  
zu 250 ccm mit destilliertem Wasser verdünnt.

1. 25 ccm dieser Lösung (= 5 g Wasserglas) wurden mit Phenol-  
phthalein und so lange mit 7-n. Salpetersäure versetzt, bis die  
anfänglich sehr starke Rötung eben verschwunden war. Eine Aus-  
scheidung von Kieselsäure trat hierbei nicht ein; es wurde sofort  
mit destilliertem Wasser zu 250 ccm aufgefüllt.

50 ccm dieser neutral gemachten Flüssigkeit (= 1 g Wasserglas)  
ergaben nach Zusatz von Kaliumchromat einen Verbrauch von  
0,7 ccm Silbernitratlösung (1/35,5-n. für Chlorbestimmung in Wässern)  
bis zum scharfen Eintritt der Bräunung durch  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ . Dieser  
kleine Verbrauch röhrt offenbar von einem Chlorgehalt des zur  
Darstellung des Wasserglases verwendeten Natrons her. Würde  
die Kieselsäure (die ja noch unvermindert in der Mischung enthalten  
war) einen Einfluß auf diese Messung ausüben, so müßte der Ver-  
brauch an Silberlösung sehr viel höher sein. Ein chlorfreies Wasserglas  
stand mir nicht zur Verfügung. Der Gehalt dieses Musters  
beträgt also nur 0,7 mg Cl in 1 g = 0,07%.

2. 25 ccm derselben Lösung wurden mit 20 ccm einer Chlor-  
natriumlösung vermischt (der 7,8 ccm der Silberlösung entsprachen),  
darauf mit Phenolphthalein und Salpetersäure neutral gemacht  
und sofort, ohne daß sich eine Ausscheidung von Kieselsäure ge-  
bildet hatte, zu 250 ccm aufgefüllt.

50 ccm dieser Flüssigkeit verbrauchten 2,2 ccm Silberlösung.  
Dies entspricht der Summe von 0,7 ccm (für das Wasserglas an sich)  
und  $\frac{7,8}{5} = 1,55$  ccm (für die zugesetzte Salzlösung). Also trat  
ein Einfluß der Kieselsäure hier nicht hervor.

<sup>41)</sup> Die wechselnde Zusammensetzung der „Ventilatorsäure“ und die erwähnten Schwankungen im Umsetzungsgrad könnten natürlich auch auf andere Ursachen zurückzuführen sein. Das Mannheimer Verfahren soll übrigens in den letzten Jahren noch manche Verbesserungen erfahren haben, wodurch möglicherweise auch der Umsetzungsgrad bei diesem relativ viel angewandten Kontaktverfahren (günstig) beeinflußt sein könnte.

Die beiden neutralen Flüssigkeiten unter 1 und 2 röteten beim  
Stehenlassen bald etwas nach, jedoch veränderte sich der Verbrauch  
an Silberlösung hierdurch nicht. Eine Ausscheidung von Kiesel-  
säure trat auch nachträglich innerhalb vier Stunden nicht ein; aus  
diesem Grunde mag das Ausbleiben einer Einwirkung hier leicht  
erklärlich erscheinen. Will man dieses Untersuchungsverfahren  
aber auch auf Stoffe ausdehnen, die bereits gallertartige Kieselsäure  
enthalten (z. B. Waschmittel), so muß erprobt werden, ob auch diese  
Einfluß auszuüben vermag, sei es auch nur durch Einschlie-  
bung löslicher Chloride.

II. 5 g der unverdünnten Wasserglaslösung wurden mit 20 ccm  
der bereits erwähnten Chlornatriumlösung vermischt, sodann mit  
Phenolphthalein und 7-n. Salpetersäure bis zur Entfärbung ver-  
setzt. Nach wenigen Minuten erstarrte die Masse zu einer Gallerte,  
die sich mit dem Glasstäbe leicht zerreiben ließ. Sie wurde in einen  
250 ccm-Kolben gespült, durch kräftiges Schütteln noch möglichst  
weiter zerkleinert und mit destilliertem Wasser zur Marke auf-  
gefüllt. Eine leichte Rötung der Lösung stellte sich auch hier wieder  
ein; die Kieselsäure setzte sich ziemlich schnell zum größten Teil  
ab, so daß von der darüber stehenden Flüssigkeit mit der Pipette  
leicht 50 ccm entnommen werden konnten. Diese verbrauchten  
ebenfalls 2,2 ccm Silberlösung; in thin war ein Einfluß  
der gallertartigen Kieselsäure hier nicht be-  
merkbar.

III. Es kann aber an dem geringen Chlorgehalt der unter II.  
aufgeführten Mischung gelegen haben, daß das Ergebnis noch  
stimmt. Daher wurden nunmehr 5 g unverdünntes Wasserglas  
mit 25 ccm einer Chlornatriumlösung vermischt, von welcher 5 ccm  
= 20,0 ccm der Silberlösung waren. Bei der Entfärbung des Phenol-  
phthaleins mit Salpetersäure trat diesmal keine Erstarrung der  
Kieselsäure ein, vielmehr erst innerhalb drei Stunden bei ruhigen  
Stehenlassen. Die Masse wurde wie unter II. zerkleinert und zu  
250 ccm aufgefüllt. Auch hier setzte sich die Kieselsäure leicht ab.  
50 ccm der Flüssigkeit verbrauchten 20,7 ccm Silberlösung, und  
dies entspricht der Summe von 0,7 ccm (für das Wasserglas an sich);  
die 50 ccm enthalten 1 g, wie unter I. 1) + 20,0 ccm (für die zugesetzte  
Salzlösung; 25 ccm auf 250 ccm = 5 ccm auf 50 ccm). Es hat  
sich also auch bei dieser großen Menge Chlor  
kein Einfluß der Kieselsäure gallertartig bemerkbar  
gemacht, vielmehr ist die gleichmäßige Verteilung des Chlors  
in der gesamten Flüssigkeit auffallend schnell vor sich gegangen,  
denn zwischen dem Schütteln der Gallerte in 250 ccm-Kolben  
und der Abmessung von 50 ccm verstrichen nur etwa 20 Minuten  
Zeit.

Hiernach ergibt sich das Verfahren für die Untersuchung ähn-  
licher Mischungen von selbst. Handelt es sich um eine Gallerte, so  
zerdrückt man 5 g in einer Reibschale mit dem Pistill unter Zusatz  
von wenig Wasser, bis ein möglichst feinkörniger Brei entstanden  
ist, fügt etwa 100 ccm Wasser, dann Phenolphthalein und chlorfreie  
Salpetersäure bis zur Entfärbung hinzu und füllt sofort mit Wasser  
zu 250 ccm auf. Hiervom werden nach dem Absetzen der Kiesel-  
säure 50 ccm oder 100 ccm unter Zusatz von (nicht zu wenig!)  
Kaliumchromat mit einer beliebigen, passend verdünnten Silber-  
nitratlösung gemessen.

Ein vorliegendes Waschmittel ergab bei dieser Behandlung  
einen Verbrauch von 14,5 ccm obiger Silberlösung, es enthielt also  
1,45% Chlor oder 2,39% NaCl.

Sollte man zuviel Salpetersäure zugesetzt haben, so stumpft  
man sie passend durch Zusatz von kohlensaurem Kalk ab, und falls  
dieser wieder zur Rötung des Phenolphthalein führt, entfernt  
man die Färbung durch einige Tropfen stark verdünnter Salpeter-  
säure.

**Zusammenfassung.** Chlor läßt sich mit Silberlösung  
nach Mohr bei Gegenwart gelöster oder gallertförmiger Kiesel-  
säure (Wasserglas, Waschmittel usw.) messen, wenn man mit Phenol-  
phthalein und Salpetersäure neutral macht und die vorhandene  
oder entstehende Gallerte durch Reiben und Schütteln möglichst  
fein verteilt sowie mit nicht zu wenig Wasser im Meßkolben auf-  
füllt. Unlöslichmachen der Kieselsäure durch Aufkochen oder  
Entfernung durch Filtern sind hiernach unnötig. [A. 64.]