

rator anlehnken. Es wurde beim Doppelgas- und Trigasverfahren erwähnt, daß die Wassergasfraktion, wenn man sich so ausdrücken darf, ihre fühlbare Wärme an den frisch eingebrachten Brennstoff abgibt und so dessen Destillation bewirkt. Wenn diese Destillationsgase getrennt abgeleitet werden, so zeigen sie (und auch die kondensierbaren Produkte) die charakteristischen Eigenschaften der Tief temperaturdestillation der Kohle. Die Firma Ehrhardt & Schmiede hat Generatoren konstruiert, bei denen sich die Destillate getrennt vom Generatorgas abziehen lassen. In dem Generatorschacht hängen eine oder mehrere Entgasungsretorten, die axial drehbar sind und einen von der Kreisform abweichenden Querschnitt besitzen (D. R. P. 301 600). Die Entgasungsretorte dient gleichzeitig als Beschickungsrohr des Generators, hat einen nach unten zunehmenden Querschnitt und wird durch die Abhitze der Vergasungszone geheizt. Durch Anwendung eines konischen hohlen Kernes (der gleichzeitig als Gasabzugsrohr dienen kann) wird eine annähernd gleichmäßige Brennstoffsicht erzielt (D. R. P. 308 252). Das D. R. P. 301 983 betrifft eine Beschickungsvorrichtung, die einen für alle Retorten gemeinsamen, drehbaren Beschickungskübel hat.

Auch der Generator von E. Fleischer (D. R. P. 284 359) ist zur Darstellung der Tieftemperaturdestillate geeignet. Aus der Brennzone dieses Generators wird Heißgas über eine darüberliegende Kohlenschicht geleitet, diese dadurch ent gast und die gemischten Gase und Dämpfe durch ein gesondertes Rohr abgeführt.

(Fortsetzung folgt.)

Einwirkung der Carbonathärte auf die Chlorbestimmung im Wasser.

Prof. Dr. W. HERBIG, Chemnitz.

(Eingeg. 18/5. 1919)

In einem Bericht von A. Gutbier¹⁾ über die Fortschritte auf dem Gebiete der analytischen Chemie der Metalloide im Jahre 1914 wird eine Arbeit von Maurice Lombard²⁾ angeführt, die den Einfluß des Kohlensäuregehaltes des Wassers auf die Chlortitration behandelt. Lombard schlägt zur Aufhebung dieses Einflusses folgende Arbeitsweise vor: „Man kocht 150—200 ccm Wasser bis zur völligen Zersetzung der primären Carbonate, läßt erkalten, füllt auf das ursprüngliche Volumen wieder auf und gießt 100 ccm der klaren Flüssigkeit ab. Man versetzt diese 100 ccm und ebenso 100 ccm einer sehr verdünnten Lösung von Natriumchlorid, die z. B. 5 mg Salz im Liter enthält, mit je 5 Tropfen einer 10% igen Kaliumchromatlösung und titriert zuerst die Vergleichsflüssigkeit, dann das Wasser. Man ermittelt die der Differenz zwischen den beiden Bestimmungen entsprechende Menge Natriumchlorid für 1 l, addiert zu diesem Werte 5 mg für 1 l und erhält so die im Liter des fraglichen Wassers enthaltene Natriumchloridmenge.“

Soviel mir bekannt geworden ist, hat man die Größe des Einflusses der Carbonathärte auf die Genauigkeit der Chlortitration mit Silbernitrat und Kaliumchromat als Indicator noch nicht messend verfolgt. Zu dem Zwecke wurden nachstehende Versuche unternommen.

Aus einem genau gemessenen Volumen Kalkwasser, dessen Gehalt an CaO bestimmt worden war, wurde durch Einleiten von Kohlensäure bis zur eben erfolgten Lösung des zunächst gefällten Carbonates ein Wasser von bestimmter Carbonathärte hergestellt und zu diesem ein bestimmtes Volumen einer genau eingestellten Kochsalzlösung gegeben. In der Mischung wurde nun der Chlor gehalt einmal nach der Neutralisation der Carbonate und einmal direkt mit Silbernitrat bestimmt.

Herstellung eines Wassers von bestimmter Carbonathärte.

100 ccm Kalkwasser werden titriert und der CaO-Gehalt berechnet. Man gibt genau 200 ccm des Kalkwassers in einen Liternmesskolben, leitet Kohlensäure ein, bis eine starke Fällung entstanden ist, setzt dann sofort unter weiterem Einleiten und Schütteln Wasser zu, bis die Flüssigkeit völlig klar geworden ist, füllt auf 1000 ccm auf und titriert 100 ccm zur Feststellung der erhaltenen Carbonathärte.

1. Versuch: Das Kalkwasser enthielt auf Grund der Titration in 1000 ccm = 1,2620 g CaO.

¹⁾ Chem.-Ztg. 103/104, S. 650. [1915].

²⁾ Bull. Soc. Chim. [4] 13, S. 1006. [1913].

250 ccm des Kalkwassers wurden quantitativ in einen Literkolben gegossen und wie oben angegeben mit Kohlensäure behandelt. In 1000 ccm des Wassers mußten enthalten sein 0,3155 g CaO.

Gefunden wurde: 0,3233 g CaO, das sind 0,78°
0,3230 g CaO, „ „ 0,75°

deutsche Härte zuviel.

2. Versuch: Dasselbe Kalkwasser.

Angewendet: 200 ccm Kalkwasser für die Kohlensäurebehandlung.

In 1000 ccm des so hergestellten Wassers mußten enthalten sein 0,2524 g CaO.

Gefunden durch die Carbonathärtebestimmung:
0,2559 g CaO, zuviel: 0,35° deutsche Härte.
0,2617 g CaO, „ „ 0,92° „ „

3. Versuch: Das Kalkwasser enthielt im Liter 1,2530 g CaO; angewendet 200 ccm Kalkwasser für die Kohlensäurebehandlung.

In 1000 ccm des carbonatharten Wassers sollen enthalten sein 0,2506 g CaO.

Gefunden durch Härtebestimmung:
0,2575 g, zuviel: 0,69° deutsche Härte.
0,2571 g, „ „ 0,66° „ „
0,2570 g, „ „ 0,64° „ „

Diese Vorversuche ergaben, daß man mit Hilfe eines titrierten Kalkwassers ein Wasser von bestimmter Carbonathärte mit hinreichender Genauigkeit herstellen kann. Es gelingt aber nicht, soweit kohlensaurer Kalk allein in Frage kommt, über ein Wasser von 32° Härte hinaus zu kommen, da der gefällte kohlensaure Kalk nicht mehr völlig in Lösung zu bringen war. Es wurden nun mit einem titrierten Kalkwasser carbonatharte Lösungen von einmal 6,57° und 26,26° deutscher Härte hergestellt. Es ergab sich, daß beim Titrieren von je 100 ccm dieser beiden Wässer mit Silbernitrat, bei beiden bei Verbrauch von 0,15 ccm Silbernitratlösung der Farbumschlag eintrat.

Darauf wurden einmal 50 ccm, ein zweites Mal 200 ccm Kalkwasser abgemessen, diese in je einen Literkolben gebracht und dazu 50 ccm einer eingestellten Kochsalzlösung gegeben. Als dann wurde mit Wasser verdünnt und Kohlensäure eingeleitet, bis zur eben auftretenden völligen Klärung, und dann auf 1000 ccm aufgefüllt.

Je 100 ccm dieser Lösungen wurden nun

1. kalt mit Phenolphthalein und Schwefelsäure titriert, die Carbonathärte berechnet und in derselben Flüssigkeit das Chlor titriert.

2. 100 ccm direkt mit Silbernitrat titriert.

Die Ergebnisse sind folgende:

	Carbonathärte angewendet	50 ccm Kalkwasser		200 ccm Kalkwasser	
		gefunden	titriertes Wasser	Carbonathärte gefunden	Chlorbestimmung titriertes Wasser
1	6,57	6,92	0,1751	0,1768	26,26
2	—	6,81	0,1796	0,1791	—
3	—	6,62	0,1770	0,1779	—
4	—	6,58	0,1754	0,1785	—
5	—	—	0,1781	0,1780	—

Die Abweichungen von der angewendeten Chlormenge, 0,1758 g im Liter, betragen also sowohl bei großer wie bei kleiner Carbonathärte 0,0031—0,0038 g Chlor im Maximum.

Sie treten aber auf, sowohl in dem neutralisierten und dann erst mit Silberlösung titrierten Wasser, als auch bei den direkt mit Silberlösung titrierten Proben. Selbst unter Beachtung der von J. Tillmanns und O. Häublein³⁾ für die Chlorbestimmung im Wasser nach der Mohrschen Methode angeführten Vorschriften erhält man je nach der Tagesbeleuchtung kleine Schwankungen in den Ergebnissen, da man sich über das Auftreten der ersten Dunkelfärbung doch leicht täuschen kann.

Die Bestimmung der Carbonathärte mit Phenolphthalein als Indicator wurde deshalb gewählt, weil der dabei sonst verwendete Indicator Methylorange stets kochsalzhaltig ist.

Die Versuche zeigen, daß die Carbonathärte die Chlorbestimmung nach Mohr so unmerklich beeinflußt, daß für technische Wasseruntersuchungen die von Lombard vorgeschlagene Arbeitsweise nicht notwendig erscheint.

³⁾ Chem.-Ztg. 90, S. 901 [1913].