

mäßig mit der synthetischen Treibstoffgewinnung nach *Franz Fischer* verbunden werden kann (28). Neben der Erfüllung einer volkswirtschaftlich bedeutungsvollen Aufgabe, die in der Erzeugung von flüssigen und gasförmigen Treibstoffen liegt, könnte durch eine Verbindung der beiden Kontaktprozesse die Entgiftung des Gases mit geringeren Kosten durchgeführt werden.

Es ist zu hoffen, daß die von vielen Seiten eingeleiteten Bemühungen, unter Zusammenfassung der Kräfte bald zu dem von allen verfolgten Ziel führen werden, das wichtige Problem der Kohlenoxydreinigung und Entgiftung des Stadtgases zu einer endgültigen praktischen Lösung zu bringen.

Literaturverzeichnis.

(1) *D'Huart*, Aus der Geschichte der Gasentgiftung, Z. Ver. dtsh. Ing. **79**, 353 [1935]; *Mezger*, Die Kohlenoxydreinigung des Gases, Gas- u. Wasserfach **78**, 455 [1935]. — (2) *Kemmer*, Die Frage des Kohlenoxydes im Gase, ebenda **72**, 744 [1929]. — (3) DRP. 254344, 279954, 282505, 288843, 288450, 289694. — (4) *Bronn*, Z. kompr. flüss. Gase **1926**, S. 53, 78, 93; *Borchardt*, Gas- u. Wasserfach **70**, 23 [1927]. — (5) *Lieske* u. *Hofmann*, Brennstoff-Chem. **11**, 452 [1930], **12**, 193 [1931]; *F. Fischer*, ebenda **14**, 330 [1933]; *Bertelsmann*, Gas- u. Wasserfach **75**, 130 [1932]. — (6) *Mezger*, a. a. O. unter 1, S. 458. — (7) a. a. O. unter 2, S. 745. — (8) *Kemmer*, Methansynthese aus Kohlenoxyd und Wasserstoff, Dissertation, Darmstadt 1923. — (9) Ber. Ges. Kohlentech. (Dortmund-Eving) **1931**, S. 211; *J. Müller*,

Öst. Pat. 133333; *Bössner* u. *Marischka*, Öst. Pat. 132040. — (10) Brit. Pat. 1840 [1854]. — (11) DRP. 292615, 268929. — (12) Mitt. d. Gaswerke Wien, Gas- u. Wasserfach **75**, 507 [1932]; *W. J. Müller* u. *E. Graf*, ebenda **77**, 122 [1934]. — (13) *Gerdes*, ebenda **78**, 86 [1935]. — (14) *Mezger*, a. a. O. — (15) *Kemmer*, Weltkraftkonferenz Berlin 1930, „Gasveredelung durch Tieftemperaturkühlung und Katalyse“, Vortrag 3. Internationale Kohlenkonferenz Pittsburgh, Gas- u. Wasserfach **75**, 272 [1932]; DRP. 617565, 574871. — (16) Gas- u. Wasserfach **75**, 272 [1932]. — (17) *S. O. Roelen*, Brennstoff-Chem. **12**, 305 [1931]. — (18) *Roelen*, a. a. O.; *Fischer* u. *Tropsch*, Gesammelte Abh. Kemtn. Kohle **10**, 318 [1932]; *Bunte* u. *Lorenz*, Gas- u. Wasserfach **75**, 765 [1932]; *Terres* u. *Wesemann*, diese Ztschr. **45**, 795 [1932]; *Terres* u. *Sasse*, ebenda **47**, 238 [1934]; *Giordano*, Acqua e Gas **1935**. — (19) *D'Huart*, Z. Ver. dtsh. Ing. **79**, 355 [1935]. — (20) Brit. Pat. 7713 [1905]. — (21) Z. Gewerbehyg. **1930**, S. 237. — (22) *Wirth* u. *Muntsch*, Die Gefahren der Luft und ihre Bekämpfung, Berlin. Stilke. 1933. — (23) *Flury* u. *Zanger*, Schädliche Gase. — (24) *Mezger*, Gas- u. Wasserfach **78**, 474 [1935]. — (25) *Giordano*, Die Giftigkeit und das Problem der Entgiftung des Leuchtgases, Acqua e Gas **1934**. — (26) *Süpfle*, Gas- u. Wasserfach **77**, 825 [1934]. — (27) *Kemmer*, Technische und wirtschaftliche Tagesfragen zur Gaserzeugung, Vortrag beim Märk. Verein v. Gas- und Wasserfachmännern 1933; *Winkler*, Gas- u. Wasserfach **76**, 327 [1933]; *Winkler*, Die Nebenprodukte, Träger der Wirtschaftlichkeit der Gaserzeugung?, ebenda **77**, 377 [1934]. — (28) *Kemmer*, Gasindustrie und deutsche Treibstoffwirtschaft, ebenda **77**, 877 [1934]. [A. 10.]

Analytisch-technische Untersuchungen

Die maßanalytische Bestimmung des Aluminiums bei Gegenwart von Eisensalzen¹⁾.

Von Studienrat WILHELM DAUBNER.

(Eingeg. 12. Oktober 1935.)

Mitteilung aus dem Tonchemischen Laboratorium der Staatlichen Keramischen Fachschule Landshut i. Bayern.

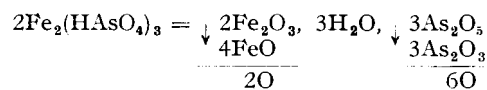
Aus einer Lösung, die neben Aluminium- noch Eisensalz enthält, kann man bei Gegenwart von Essigsäure mit tertiärem Ammoniumarseniat ($[\text{NH}_4]_3\text{AsO}_4$) die beiden Metalle quantitativ zur Fällung bringen. Erfolgt diese in einer Lösung, welche in bezug auf Arsenpentoxyd 0,45%ig ist, so entsteht tertiäres Aluminium- (AlAsO_4) und sekundäres Eisenarseniat ($\text{Fe}_2(\text{HAsO}_4)_3$). Maßanalytisch läßt sich nun die von den beiden Metallen festgehaltene Arsensäuremenge bestimmen. Ist der Eisengehalt der Salzlösung bekannt, so kann man die an das Eisen gebundene Arsensäure berechnen. Diese ist von der insgesamt gebundenen Menge in Abzug zu bringen. Die Differenz entspricht dem vom Aluminium festgehaltenen Säurerest, welcher auf das Metall umgerechnet werden kann.

Maßanalytische Bestimmung des Eisens mit sekundärem Eisenarseniat.

Als Fällungsvolumen nimmt man für 1 mg Eisen zweckmäßig 10 cm³. Die Fällung des Eisens durch tertiäres Ammoniumarseniat ($[\text{NH}_4]_3\text{AsO}_4$)²⁾ erfolgt genau wie die des Aluminiums in einer Lösung, die in bezug auf Ammonchlorid 5-, auf Essigsäure 5- und auf Arsenpentoxyd 0,45%ig ist. Dazu gibt man die schwach essigsäure Eisensalzlösung in der Kälte und erhitzt bis zum Kochen. Nach kurzem Absitzen des Niederschlags filtriert man ab, wäscht mit

90%igem Äthylalkohol aus, löst das Eisenarseniat in 2,5 n-Salzsäure und gibt eine Lösung von Kaliumjodid in Salzsäure von der gleichen Konzentration hinzu. — Man verwendet für 1,5 g Kaliumjodid 25 cm³ 2,5 n-Salzsäure. — Nach Zusatz von einigen Tropfen Stärkelösung stellt man i. allg. die Abscheidung einer geringen Jodmenge fest, welche durch vorsichtigen Zusatz von Thiosulfat zum Verschwinden gebracht werden muß.

Nach 5 min langem Stehen im Dunkeln kann die Titration der Thiosulfatlösung erfolgen. Dabei hat man zu beachten, daß die letzten Spuren von Jod nur langsam aufgenommen werden. Sobald eine hellviolette Farbe auftritt, darf nur tropfenweise titriert werden, wobei man nach Zugabe eines jeden Tropfens umschwenkt und 1–2 min wartet. Durch den Jodwasserstoff wird nicht nur die Arsensäure zu arseniger Säure reduziert, sondern auch das 3wertige Eisen zu 2wertigem nach folgendem Reduktionsschema:



Die Reduktion von 1 Mol sekundärem Eisenarseniat erfolgt somit durch Wegnahme von 4 Sauerstoffatomen, wozu 8 Mol Jodwasserstoff benötigt werden. Demnach entspricht 1 Grammatom Eisen (55,84 g) 4 Grammatomen Jod. Der Verbrauch von 1 cm³ $\frac{n}{10}$ Thiosulfatlösung bei der Titration zeigt nun eine Eisenmenge von 0,00144 g an.

Eisenbestimmungen, die mit sekundärem Eisenarseniat ausgeführt wurden, waren von großer Genauigkeit. Zur Verwendung kam chemisch reiner kristallisierter Eisenaun ($\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) mit einem Eisengehalt von 11,58%.

¹⁾ Vgl. dazu auch *Daubner*, „Eine neue maßanalyt. Best. des Aluminiums“, diese Ztschr. **48**, 589 [1935].

²⁾ Für die Bereitung einer Lösung von tertiärem Ammoniumarseniat, deren Gehalt an Arsenpentoxyd z. B. 0,9% betragen soll, löst man in 1 l Wasser 19,4 g Metaarsensäure und bestimmt den Gehalt an Arsenpentoxyd maßanalytisch genau. Nun gibt man die berechnete Menge Ammoniak in Form einer Ammoniaklösung von bekanntem Titer hinzu, im vorliegenden Fall z. B. 47 cm³ 10 n-Ammoniaklösung, und füllt auf 2 l mit Wasser auf.

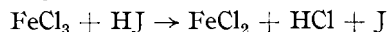
Angew. Menge g	Thiosulfatlösung		Eisen %		Differenz %
	Normalität	cm ³	berechn.	gefunden	
0,0326	0,09674	2,71	11,58	11,58	±0,00
0,0552	0,09674	4,60	11,58	11,60	+0,02
0,0739	0,09674	6,14	11,58	11,58	±0,00

Die von 1 mg Eisen bei der Titration verbrauchte Menge Thiosulfatlösung kann demnach genau berechnet werden; sie beträgt bei Verwendung von $\frac{n}{10}$ Lösung 0,694 cm³. Hat man ein sicheres Verfahren für die Bestimmung von Eisen bei Anwesenheit von Aluminiumsalzen, so kann bei der titrimetrischen Bestimmung des Aluminiums als Arseniat die für das Eisen treffende Menge Thiosulfatlösung in Abzug gebracht werden.

Eisenbestimmung bei Gegenwart von Aluminiumsalzen.

Sehr einfach läßt sich der Eisengehalt nach der Methode von *Mohr* feststellen. Diese beruht auf der Reduktion von Ferri- zu Ferrochlorid durch Jodwasserstoff. Das dabei ausgeschiedene Jod kann mit Thiosulfatlösung von bekanntem Titer gemessen und ohne weiteres auf Eisen umgerechnet werden.

Reduktionsgleichung:



1 Mol Eisenchlorid entspricht demnach 1 Grammatom Jod, folglich 1 cm³ $\frac{n}{10}$ Thiosulfatlösung 0,005584 g Eisen.

Mohr läßt die Reduktion in der Kälte bei Gegenwart von überschüssigem Jodkali in schwach salzsaurer Lösung im Kohlendioxidgas vor sich gehen, ein Verfahren, welches nicht immer einwandfreie Werte liefert. Sicher kommt man zum Ziel, wenn man die Jodwasserstofflösung zu der nahe bis zum Kochen erhitzten Eisensalzlösung tropfenweise unter ständigem Umschwenken hinzugibt; um dabei Verluste von Jod zu vermeiden, erhitzt man mit kleiner Flamme in einem Erlenmeyerkolben, welcher mit einem einfach durchbohrten Gummistopfen verschlossen ist. Durch die Bohrung des Stopfens führt das Rohr eines kleinen Gaswaschgefäßes (Gärtrichter von *Friedrich Sauer*, Gotha, eignen sich hier besonders gut), welches mit einer Lösung von Jodkalium in n-Salzsäure gefüllt ist (Spuren von ausgeschiedenem Jod sind vorher durch Thiosulfat hinwegzunehmen). Entfernt man nun die Flamme, so gelangt durch den im Kolben entstehenden Unterdruck die Jodwasserstofflösung zur Eisensalzlösung. Tropfenweisen Zulauf erreicht man dabei durch teilweises Verschließen der Öffnung des Gaswaschgefäßes mit dem Finger. Wenn die Gesamtmenge des Reduktionsmittels zugelaufen ist, kühlt man den Kolben sofort mit kaltem Wasser ab, entfernt alsdann den Stopfen und titriert unter Zusatz von etwas Stärke mit Thiosulfat. Dabei erhält man völlig einwandfreie

Werte, wie aus nachstehenden Analysenergebnissen ersichtlich ist. Verwendet wurde wieder chemisch reiner kristallisierter Eisenaun.

Angew. Menge g	Thiosulfatlösung		Eisen %		Differenz %
	Normalität	cm ³	berechn.	gefunden	
0,1266	0,09986	2,63	11,58	11,58	±0,00
0,0521	0,09986	1,08	11,58	11,56	-0,02
0,3116	0,09986	6,48	11,58	11,59	+0,01

Aluminiumbestimmung bei Gegenwart von Eisensalzen.

Man geht von einer Lösung aus, welche Aluminium- und Eisenchlorid enthält.

In einem Teil bestimmt man den Eisengehalt nach dem oben beschriebenen Verfahren durch Reduktion mit Jodwasserstoff.

Den zweiten Teil versetzt man bei Gegenwart von Essigsäure mit tertiärem Ammoniumarseniat unter genauer Beobachtung der eingangs erwähnten Konzentrationen und erhitzt bis zum Kochen. Nach kurzem Absitzen des Niederschlags ($\text{AlAsO}_4 + \text{Fe}_2[\text{HASO}_4]_3$) filtriert man noch heiß durch ein Papierfilter und wäscht mehrere Male mit 90%igem Äthylalkohol aus. Den Niederschlag im Filter löst man in 2,5 n-Salzsäure und wäscht auch mit Salzsäure von gleicher Konzentration nach; sodann gibt man eine Lösung von Jodkalium in 2,5 n-Salzsäure hinzu und mißt nach 5 min langem Stehen im Dunkeln das ausgeschiedene Jod mit der Thiosulfatlösung, wobei man die für das Eisen berechnete Menge abziehen muß, das ist bei Verwendung der gleichen Thiosulfatlösung die 3,89fache Menge, welche bei der *Mohr*schen Eisenbestimmung zugelaufen ist. (1 mg Eisen = 0,694 cm³ $\frac{n}{10}$ Thiosulfatlösung.) Der Rest wird alsdann auf Aluminium umgerechnet. 1 cm³ $\frac{n}{10}$ Natriumthiosulfatlösung entspricht einer Aluminiummenge von 0,001355 g.

Für die Prüfung dieser Methode wurden Lösungen von Eisen- und Kalialaun verwendet.

Angew. Menge g		0,09986 n-Thiosulfatlösung cm ³			Aluminium %		Differenz %
Eisen- alaun	Kali- alaun	Gesamt- zulauf	f. Eisen berechn.	Rest f. Alu- minium	ber.	gef.	
0,0076	0,1004	4,85	0,61	4,24	5,71	5,71	±0,00
0,0522	0,1776	11,71	4,201	7,509	5,71	5,72	+0,01
0,0261	0,0888	5,9	2,102	3,798	5,71	5,78	+0,07

Dieses Verfahren bewährt sich besonders für rasche Bestimmungen von Aluminium neben Eisen in Silicatanalysen, da die Gegenwart von Kieselsäure die Genauigkeit der Werte nicht weiter beeinträchtigt. [A. 136.]

VERSAMMLUNGSBERICHTE

Verein der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure.

Hauptversammlung Berlin, 5.—7. Dezember 1935.

Vorsitzender: Dir. Dr. H. Müller-Clemm.

Sitzung des Fachausschusses.

Harnack-Haus, Berlin-Dahlem, 5. Dezember 1935.

a) Unterausschuß für Papierfabrikation.

Dr. H. Wenzl, Gretesch: „Allgemeiner Tätigkeitsbericht.“

Vortr. gibt einen Überblick über Neuerungen bei Stofffängeranlagen, im Papiernaschinenbau, in der Holzschleiferei und Holzschliffbehandlung, in der Zeitungsdruckpapierfabrikation, bei Mahlgeräten, Kalandern und Umrollern und

bespricht dann Vorschläge und Bestrebungen auf dem Gebiet der Rohstoffe und der Halbstoffherzeugung, der Altpapierverwertung, der Füllstoffe, der Papierleimung, der Papierprüfung¹⁾ und der chemischen Präparierung von Papieren. — Als geschäftsführender Vorsitzender des „Leimstoffausschusses der Papierindustrie“, der von der Papier- und Pappenindustrie zur Prüfung der Möglichkeiten einer Einschränkung des Kolophoniumverbrauches eingesetzt worden ist, erstattet Vortr. einen kurzen Bericht über die bisherigen Arbeiten des Ausschusses. Die für das Jahr 1933 durchgeführte Leimstoffverbrauchsstatistik ist für 1934 in der Weise abgeändert worden, daß man sich darauf beschränkte, die qualitative Statistik nur auf den Harzverbrauch anzuwenden. Die Ergebnisse der Statistik ermöglichen eine Feststellung des Normalharzverbrauches bei bestimmten Papierklassen und

¹⁾ Vgl. den folgenden Vortrag von Korn.