

Zeitschrift für angewandte Chemie.

XVIII. Jahrgang.

Heft 50.

15. Dezember 1905.

Alleinige Annahme von Inseraten bei den Annoncenexpeditionen von August Scherl G. m. b. H., und Daube & Co., G. m. b. H., Berlin SW. 12, Zimmerstr. 37—41

sowie in deren Filialen: **Breslau**, Schweidnitzerstr. Ecke Karlstr. 1. **Dresden**, Seestr. 1. **Elberfeld**, Herzogstraße 38. **Frankfurt a. M.**, Kaiserstr. 10. **Hamburg**, Alter Wall 76. **Hannover**, Georgstr. 39. **Kassel**, Obere Königstr. 27. **Köln a. Rh.**, Hohestr. 145. **Leipzig**, Petersstr. 19. I. **Magdeburg**, Breiteweg 184. I. **München**, Kaufingerstraße 25 (Domfreiheit). **Nürnberg**, Kaiserstraße Ecke Fleischbrücke. **Stuttgart**, Königstr. 11. I. **Wien** I, Graben 28.

Der Insertionspreis beträgt pro mm Höhe bei 45 mm Breite (3 gespalten) 15 Pfennige, auf den beiden äußeren Umschlagseiten 20 Pfennige. Bei Wiederholungen tritt entsprechender Rabatt ein. Beilagen werden pro 1000 Stück mit 8.— M für 5 Gramm Gewicht berechnet; für schwere Beilagen tritt besondere Vereinbarung ein.

INHALT:

M. Philips: Über die Bestimmung von Silicium neben Kieselsäure 1969.
R. Bensemann: Analyse des Natronalpeters 1972.
Ferd. M. Meyer: Nochmals „Portlandzement“ (Entgegnung auf Schreibers Ausführungen) 1975.
J. Bronn: Zur Feuergefährlichkeit der Zelluloidwaren (nach Versuchen von Fr. Gervais) 1976.
Haus Molitoris: Über das Verhalten des Strychnins im Vogeltierkörper 1977.

Sitzungsberichte.

Chemische Gesellschaft zu Heidelberg: R. Stolle: Die Einwirkungsprodukte der Kohlensäure auf Hydrazin; — E. Mohr: Über die Darstellung primärer Amide aus Säureamiden; — August Klages: Über die Reduktion aromatischer Carbinole 1978.

Referate:

Physiologische Chemie 1979; — Fette, fette Öle und Seifen 1982; — Faser- und Spinnstoffe 1986; — Bleicherei, Färberei und Zeugdruck 1989.

Wirtschaftlich-gewerblicher Teil:

Tagesgeschichtliche und Handelsrundschau: Neu-York 1990; — Die Weltproduktion von Rohpetroleum; — Boston; — Australien; — Rom; — Ofen-Pest; — Wien; — Berlin 1991; — Gießen; — Dessau; — Marburg; — Freiberg i. S.; — Handelsnotizen 1992; — Personalnotizen; — Neue Bücher 1994; — Bücherbesprechungen 1995; — Patentlisten 1997.

Verein deutscher Chemiker:

Bezirksverein Sachsen-Anhalt: Besichtigung der Fabrik Webau 1999.

Über die Bestimmung von Silicium neben Kieselsäure.

Von Dr. Ing. M. PHILIPS.

(Eingeg. d. 1./11. 1905.)

Über die Bestimmung von freiem kristallisierten Silicium neben Kieselsäure ist in der einschlägigen Literatur bislang wenig veröffentlicht worden. Die bis jetzt gebräuchliche Methode bestand darin, das geglühte und gewogene Gemenge von Silicium und Kieselsäure mit Flußsäure zu behandeln und das nach dem Abrauchen der Kieselsäure zurückbleibende Silicium zu wägen; die Gewichts Differenz ergibt die Menge der Kieselsäure. Das Silicium soll hierbei unverändert zurückbleiben, da das kristallisierte Silicium nur von gasförmiger, nicht aber von wässriger Flußsäure angegriffen werden soll¹⁾. Auf diese Weise bestimmte auch z. B. Regelsberger²⁾ den Gehalt an freiem Si in Aluminiumbronzen und de Chalmot³⁾ den Gehalt an freiem Si in Siliciumkupfer, indem er nach Behandeln des Siliciumkupfers mit Königswasser, wobei die Kupfersiliciumverbindung unter Abscheidung von SiO₂ zersetzt wird, während das freie Silicium unverändert zurückbleibt, den Rückstand von Si + SiO₂ nach üblichem Abscheiden der Kieselsäure mit

Flußsäure behandelte und aus der Differenz den Gehalt an freiem Silicium ermittelte.

Als ich bei der Untersuchung verschiedener Kupfersilicium-Legierungen dieselbe Methode anwandte, zeigten mehrere Kontrollproben bezüglich des Siliciumgehaltes, sowohl des freien als auch des gebundenen Siliciums eine äußerst schlechte Übereinstimmung; der Gehalt an freiem Si schwankte bei drei Kontrollproben einer Legierung von 0,88% bis zu 2,76% und der Gehalt an gebundenem Si von 16,28% bis zu 18,18%. So bedeutende Differenzen konnten unmöglich auf analytische Fehler zurückzuführen sein; ihre Erklärung konnten sie nur in einer Ungenauigkeit der angewandten Bestimmungsmethode finden. Diese Ungenauigkeit konnte zunächst darin begründet sein, daß beim Glühen des Gemisches von SiO₂ + Si das Silicium doch teilweise oxydiert und dann beim Abrauchen mit Flußsäure gleichfalls verflüchtigt wird. Ich fand diese Vermutung durch folgende Versuche vollkommen bestätigt:

0,5084 g feingepulvertes kristallisiertes Silicium, das im elektrischen Ofen in geschmolzenen Stücken hergestellt war und folgende Zusammensetzung zeigte: 96,98% Si, 0,21% Fe, 0,29% Al, 1,04% SiO₂, 1,40% SiC, 0,06% Fe₂Si, wurde zwei Stunden im Platintiegel bis zur hellen Rotglut erhitzt; nach dieser Zeit hatte das Silicium 0,0746 g = 14,67% seines früheren Gewichtes zugenommen durch Aufnahme von Sauerstoff. Die Oxydation machte sich auch im Äußeren bemerkbar, indem sich das Si

1) D a m m e r, Bd. IV, S. 372.

2) Diese Z. 1891, 477.

3) American. chem. Journ. 1896, 95.

mit einer nach außen stärker werdenden hellbraunen Schicht bedeckt hatte; das in der Mitte des Tiegelbodens liegende Si hatte sein Aussehen am wenigsten verändert. Daß auch schon eine verhältnismäßig niedrige Temperatur genügte, um das kristallisierte Silicium durch den Luftsauerstoff zu oxydieren, zeigte eine Einwaage von 0,5108 g Si, welche in einem Porzellantiegel derart erhitzt wurde, daß dessen Boden eben in dunkle Rotglut geriet. Nach zweistündigem Erhitzen hatte die Probe an Gewicht 0,0286 g zugenommen, nach dreistündigem weiterem Glühen 0,0482 g, und nach weiterem fünfständigen Glühen betrug die Gewichtszunahme 0,0626 g oder 12,26% seines ursprünglichen Gewichtes. Eine feingepulverte Probe von kristallisiertem Silicium, das in schönen Kristallen durch Auskristallisieren aus geschmolzenem Aluminium hergestellt worden war und folgende Zusammensetzung zeigte: 96,50% Si, 0,30% SiO_2 , 0,20% Fe, 0,07% Al, 0,11% Ca, 2,52% $\text{SiC} + \text{Fe}_2\text{Si}$, zeigte dieselbe Eigenschaft, indem eine Probe nach 5ständigem Glühen bei Rotglut eine Gewichtszunahme von 7,40% und nach weiterem 5ständigen Glühen eine Zunahme von 8,26% zeigte. Das Si hatte hierbei eine wunderschön blaurot irisierende Farbe angenommen.

Einige Zeit nachdem ich diese Eigenschaft festgestellt hatte, fand ich eine Arbeit von H u n t, C l a p p und H a n d y⁴⁾, in welcher dieselben die Ungenauigkeit der zur Bestimmung des kristallisierten Siliciums neben Kieselsäure bisher angewandten Methode insofern erkannten, als sie ermittelten, daß das kristallisierte Si sich in sehr geringem Maße über dem Bunsenbrenner oder dem Gebläse oxydierte: „Die Oxydation geht sehr langsam vor sich, selbst wenn die Masse häufig umgerührt wird“. Die obigen Zahlen zeigen jedoch, daß die Oxydation des Si bei geringerer Temperatur schon äußerst beträchtlich ist. Die erwähnten Autoren wollen nun eine genaue Trennung des Si und der SiO_2 dadurch bewirken, „daß sie das Gemenge von Si + SiO_2 auf einem Filter aus Platinschwamm abfiltrieren, auswaschen und nach dem Trocknen bei 80° wägen. Nach Auswaschen des Gemisches mit Flußsäure und Schwefelsäure zum Zwecke der Verflüchtigung der Kieselsäure und darauf folgendem Auswaschen mit heißem Wasser soll das zurückbleibende Silicium durch Wägen des wiederum bei 80° getrockneten Rückstandes aus der Differenz berechnet werden.“

Diese Arbeitsweise kann aber unmöglich auf Genauigkeit Anspruch machen, weil einerseits durch bloßes Trocknen bei 80° die hydratisierte Kieselsäure ihren Gehalt an chemisch gebundenem Wasser nicht vollkommen abgibt, andererseits eine vollständige Entfernung der Kieselsäure durch Auswaschen mit einer kalten wässrigen Lösung von Flußsäure wohl ziemlich ausgeschlossen erscheint.

Eine zweite Ursache für die Ungenauigkeit der bisherigen Bestimmungsmethode von kristallisiertem Si neben SiO_2 könnte noch darin zu suchen sein, daß das kristallisierte Si entgegengesetzt den in den Lehrbüchern angegebenen Eigenschaften doch vielleicht von wässriger Flußsäure ange-

griffen wird; verstärkt wurde diese Vermutung noch durch den Umstand, daß die Menge des freien Si nach dem Abrauchen der SiO_2 aus dem Gemisch von Si + SiO_2 immer geringer wurde, als ich — um sicher zu sein, daß auch alle SiO_2 entfernt war — das Gemisch noch ein zweites und drittes Mal mit Flußsäure abrauchte, obwohl doch mit Sicherheit vorauszusetzen war, daß nach zweimaligem Abrauchen mit Flußsäure alle Kieselsäure entfernt worden sei. Folgende Versuche bestätigten diese Vermutung vollkommen.

0,5128 g im elektrischen Ofen gewonnenes Silicium von der oben angegebenen Zusammensetzung wurden im Platintiegel zweimal mit wässriger Flußsäure auf dem Wasserbade abgeraucht. Nach dem Trocknen des Rückstandes bei 100° war eine Gewichtsverminderung von 0,109 g eingetreten; nach nochmaligem Abrauchen mit Flußsäure war eine Gesamtabnahme von 0,1444 g = 28,16% zu konstatieren. Als derselbe Versuch mit einer Probe kristallisierten Siliciums von der oben angegebenen Zusammensetzung, das aus geschmolzenem Aluminium hergestellt war, durchgeführt wurde, hinterblieb bei einer Einwaage von 0,7916 g nach dreimaligem Abrauchen mit wässriger Flußsäure und Trocknen bei 100° ein Rückstand von 0,3160 g, was einer Verflüchtigung von 60,08% Si entspricht. Eine andere Probe Si, ebenfalls aus geschmolzenem Aluminium hergestellt, zeigte nach zweimaligem Abrauchen mit Flußsäure unter Zusatz von Schwefelsäure eine Gewichtsabnahme von 14,74%. Die Flußsäure war bei diesen Versuchen natürlich vorher auf ihre Reinheit geprüft worden.

Durch die Behandlung mit Flußsäure hatte das zurückgebliebene Silicium eine olivengrüne Farbe angenommen und sich längs den Tiegelwandungen mit einem weißen Hof umgeben. Die Verflüchtigung des kristallisierten Si durch Flußsäure scheint deshalb nicht auf eine einfache Umsetzung mit der Flußsäure zu SiF_4 zurückgeführt werden zu können, sondern vielleicht auf eine Bildung von unbekannten intermediären Siliciumverbindungen.

Die obige Bestimmungsmethode des Si neben SiO_2 ist also außer durch die Oxydation des Si beim Glühen noch mit einem zweiten Fehler behaftet; im Endresultat wird der Gehalt an freiem Si zu klein und der Gehalt an SiO_2 zu groß sein, weil das freie Si außer der durch die Oxydation gebildeten Kieselsäure unmittelbar durch die Flußsäurebehandlung verflüchtigt wird, und diese Verminderung sich dann fälschlich zu dem Betrag der Kieselsäure addiert. Infolgedessen ist diese Methode unbrauchbar.

Eine andere Methode zur Bestimmung von freiem Silicium neben Kieselsäure will R e g e l s b e r g e r⁵⁾ in der Weise ausführen, daß er nach dem üblichen Abscheiden der Kieselsäure zunächst das Gesamtgewicht des Rückstandes, bestehend aus Silicium, Kieselsäure und dem aus den Eisen-Siliciumverbindungen entstandenen Eisenoxyd bestimmte. Schließt man nun den Rückstand mit Natrium-Kaliumearbonat auf und scheidet aus der Schmelze die Kieselsäure und aus deren Filtrat das Eisen ab, so ergibt die Differenz zwischen dieser

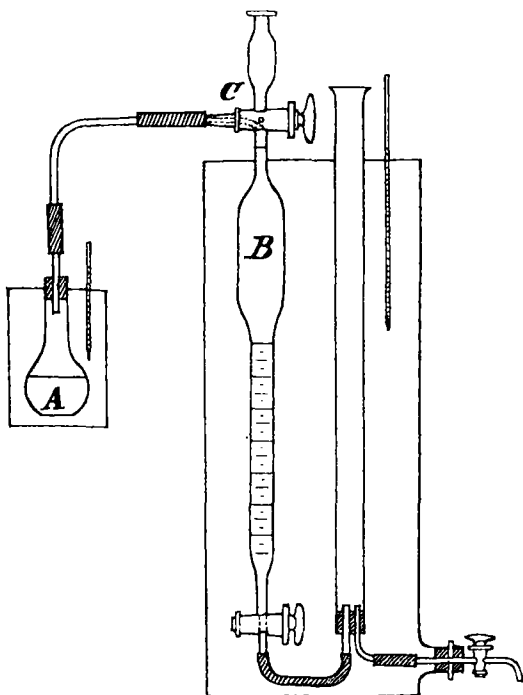
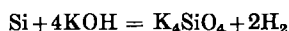
⁴⁾ Chem. News 65, 223.

⁵⁾ Dies. Z. 1891, 363.

Summe von $\text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ und dem ersten Gesamtgewicht diejenige Menge Sauerstoff, welche zur Oxydation des freien Si zu SiO_2 gedient hatte. Durch Umrechnung soll sich dann die Menge des freien Siliciums ergeben. Diese Methode kann aber ebenso wenig wie die vorige genaue Resultate liefern, weil sich das kristallisierte Silicium beim Glühen teilweise oxydiert.

Eine genaue Bestimmungsart beider Körper ist folgende:

Durch Behandeln des Gemisches von $\text{Si} + \text{SiO}_2$ mit heißer Kalilauge gehen beide Körper in Lösung, und zwar das Si unter Wasserstoffentwicklung; da diese Reaktion nach einer genau bestimmten Gleichung:



vor sich geht, kann man durch Messung des entwickelten Wasserstoffs den ursprünglichen Gehalt an freiem Si bestimmen. Durch Zersetzung des in der alkalischen Lösung enthaltenen Kaliumsilikats mit Salzsäure und Abscheidung der Kieselsäure könnte man den Gesamtsiliciumgehalt, und durch Subtraktion des gasvolumetrisch bestimmten Siliciums die ursprünglich vorhandene Menge Kieselsäure ermitteln. Da aber aus den Glaswandungen des Lösegefäßes durch die Kalilauge unvermeidlich etwas SiO_2 herausgelöst wird, empfiehlt es sich, in einer zweiten Einwaage durch Aufschließen des Gemisches von $\text{Si} + \text{SiO}_2$ mit $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{KNO}_3$ und Abscheiden der SiO_2 aus der mit Salzsäure angesäuerten Schmelze den Gesamtsiliciumgehalt zu bestimmen und so die Mengen der beiden Körper zu ermitteln.

Ich führte die Bestimmung in nebenstehendem Apparate durch, der dem Azotometer nachgebildet ist, und dessen Arbeitsweise aus der Figur ohne weiteres ersichtlich ist. Als Meßapparat benutzte ich eine Bürette B nach Bunte von 200 ccm

Inhalt, weil diese Form für den vorliegenden Zweck am geeignetsten erschien. Nach dem Einstellen des Wassermeniskus in der Bürette auf den Nullpunkt wurde das zu untersuchende Gemenge von $\text{Si} + \text{SiO}_2$ in das Kochkölbchen A eingefüllt, darauf 30%ige Kalilauge von genau Zimmertemperatur hinzugegeben und das Kölbchen durch Gummischläuche an den Apparat angeschlossen. Während dieser Operationen war das Kölbchen durch den Dreiweghahn C mit der Außenluft oben verbunden; erst nach kurzem Stehen in dem Wasserbade, wenn der Kolbeninhalt die Wasser- gleich Lufttemperatur wieder angenommen hatte, wurde A durch Umstellen des Dreiweghahnes mit der Bürette B verbunden. Diese Arbeitsweise ist dadurch möglich, daß die Kalilauge auf das Silicium in der Kälte erst nach etwa $\frac{1}{4}$ stündigem Stehen einwirkt. Darauf wurde das Kölbchen aus dem Wasserbade herausgenommen und über der offenen Flamme erhitzt, bis sich alles Silicium gelöst hatte; es erfordert dieses eine ziemlich lange Zeit, zugleich ist zur vollständigen Lösung des Si die weitgehendste Zerkleinerung durch Zerreiben in einer Achatschale erforderlich, da größere Partikelchen von der Kalilauge kaum angegriffen werden. Wenn alles in Lösung gegangen ist, wird in den beiden Wasserbädern die ursprüngliche Temperatur wieder hergestellt und nach dem Gleichstellen der beiden Menisken in der Bürette und dem Niveauröhr das Gasvolumen abgelesen.

Bei der Bestimmung von Si in dem käuflichen kristallisierten Silicium erhielt ich folgende Resultate:

| Ein- waage | Entwickelter H | Temp. | Bar. Stand mm | Tension d. H_2O Dampfes | % Si |
|---------------|-------------------|-------|---------------------|---|-------|
| 0,1 g | 164,0 ccm | 18,0° | 746,2 | 15,4 | 93,48 |
| 0,1 g | 165,0 ccm | 18,5° | 741,7 | 15,8 | 93,29 |
| 0,1 g | 163,4 ccm | 16,5° | 743,4 | 13,9 | 93,47 |

Die übliche Untersuchung des kristallisierten Siliciums geschah bisher durch Lösen des Si in Kalilauge oder durch Schmelzen mit Kaliumhydroxyd im Silbertiegel; so wurde auch die Zusammensetzung des oben verwendeten Siliciums durch Lösen in Kalilauge nach der von Neumann⁶⁾ angegebenen Methode festgestellt. Bei beiden Lösungsmitteln aber geht außer dem freien Silicium unvermeidlich auch teilweise die Kieselsäure in Lösung, welche in jedem Siliciumpräparat enthalten ist, so daß der auf diese Weise gefundene Wert für das freie Silicium immer zu hoch ausfällt. Die gasvolumetrische Bestimmung des Siliciums durch Messen des entwickelten Wasserstoffs würde erst genaue Resultate ergeben, wie auch durch folgende Zahlen illustriert wird: Die Untersuchung des obigen kristallisierten Siliciums nach Lösen in KOH, Abscheiden der SiO_2 aus dem Filtrate usw. ergab 96,50% Si, während aus der gasvolumetrischen Bestimmung desselben Siliciums hervorging 93,41% Si.

Über die Anwendung obiger Bestimmungsmethode bei der Untersuchung von Kupfersilicium-

⁶⁾ Chem. Ztg. 1900, 888.

legierungen zwecks Feststellung der Formel des Kupfersilicids werde ich demnächst an anderer Stelle berichten.

Analyse des Natronsalpeters.

Von R. BENSEMANN, Berlin.

(Eingeg. d. 10./10. 1905.)

Über die vorliegende Methode habe ich, entsprechend der Entstehung derselben, in dieser Z. 18, 816, 939, 1225 Mitteilungen gebracht. Nachdem ich jetzt die Sache abgeschlossen habe, beschreibe ich die Methode hier noch einmal in zusammenhängender, ausführlicher Form und in der Gestaltung, die ich derselben schließlich gegeben habe. Die Bestimmungen von Natron, Kali, Kalk und Magnesia habe ich der Vollständigkeit halber hinzugefügt.

I. Man löst 40 g Salpeter in Wasser zu 500 ccm und filtriert.

II. Überführung von Chlorid, Chlorat und Nitrat in Carbonat. — Man dampft in einer geräumigen Porzellanschale 100 ccm Lösung I nach Zusatz von 16 g kristallisierter Oxalsäure, die absolut frei von Alkalien und Erdalkalien sein muß, zur Trockne ein, befeuchtet die getrocknete Masse mit Wasser und trocknet sie von neuem; dies wiederholt man fünfmal. Dann schüttet man die trockene Masse auf Papier, spült das in der Schale Hängenbleibende mit möglichst wenig Wasser in eine Platinschale mit flachgewölbtem Boden, 8 cm weit und 4 cm hoch, dampft zur Trockne ein und gibt die Hauptmenge der getrockneten Masse hinzu. Man erhitzt dann auf einem sechsfachen Bunsenbrenner zuerst bei kleiner Flamme, bis die Masse sich kaum noch aufbläht, dann bei größerer, die ganze Schale umspülender und gleichmäßig zur Rotglut bringender Flamme, im ganzen 20—30 Minuten. Man achtet darauf, daß besonders die oben an den Seitenwänden der Schale sitzenden Teilchen sich nicht mehr aufblähen, und das Ganze eine gleichförmige, sich nicht mehr verändernde, gesinterte, hellgraue Masse bildet. Man löst die geglühte Masse in 200 ccm Wasser, sättigt mit Kohlensäure, die absolut frei von anderen Säuren sein muß, um Calcium- und Magnesiumcarbonat zu lösen, verdünnt zu 250 ccm Lösung und filtriert.

III. Überführung von Chlorat und Perchlorat in Chlorid. — Man erhitzt in einem Eisentiegel, 8 cm weit und 7 cm hoch, mit gut schließendem Deckel, 40 g Salpeter zuerst im Trockenschrank offen, dann auf einem sechsfachen Bunsenbrenner zugedeckt zuerst bei kleiner Flamme, dann bei größerer, aber nur das untere Drittel des Tiegels umspülender und nur den Boden des Tiegels zu schwacher Rotglut bringender Flamme, im ganzen 60—75 Minuten. Durch die hierbei stattfindende Entwicklung von Sauerstoff, welche sich mitunter durch knisterndes Geräusch bemerkbar macht, werden Teilchen des geschmolzenen Salpeters emporgeschleudert und von dem Tiegeldeckel abgefangen; man lasse daher den letzteren während des Erhitzens vollständig unberührt. Man löst unter der Vorsicht, daß von den

am Tiegeldeckel haftenden Teilchen nichts verloren geht, die geglühte Masse in Wasser, setzt etwas Salpetersäure hinzu, um ausgeschiedenes Calcium- und Magnesiumoxyd wieder zu lösen, verdünnt zu 500 ccm Lösung und filtriert.

IV. Überführung von Chlorid, Chlorat, Perchlorat und Nitrat in Carbonat. — Man behandelt 100 ccm Lösung III genau wie bei II, verdünnt zu 250 ccm Lösung und filtriert.

V. Überführung sämtlicher Alkalisalze in reine Alkalichloride. — Man erwärmt in einer Porzellanschale 100 ccm Lösung III, setzt etwas Baryumhydrat hinzu, nur so viel, daß eben deutlich alkalische Reaktion eintritt, erwärmt noch 20 Minuten, verdünnt zu 500 ccm Lösung und filtriert. Eine etwa eintretende Trübung des anfänglich klaren Filtrats ist bedeutungslos, da dieselbe nur von Baryumcarbonat herrührt. Man dampft in einer Porzellanschale 100 ccm des Filtrats nach Zusatz von Salzsäure im Überschuß zur Trockne ein, befeuchtet die getrocknete Masse mit konz. Salzsäure und trocknet sie von neuem, dies wiederholt man fünfmal. Dann löst man die getrocknete Masse in Wasser, setzt Ammoniumcarbonat und Ammoniak in reichlichem Überschuß hinzu, verdünnt zu 200 ccm Lösung und filtriert.

a) Chlorid. — Man verdünnt 50 ccm Lösung I mit Wasser, säuert mit Salpetersäure an und setzt Silbernitrat hinzu. Das erhaltene AgCl gibt multipliziert mit: die Prozente:

| | |
|--------|------|
| 6,185 | Cl |
| 10,192 | NaCl |
| 12,997 | KCl |

b) Sulfat. — Man verdünnt 50 ccm Lösung I mit Wasser, säuert mit Salzsäure an und setzt siedend heiß Baryumchlorid hinzu. Das erhaltene BaSO_4 gibt

| | |
|--------------------|--------------------------|
| multipliziert mit: | die Prozente |
| 8,583 | SO_3 |
| 15,236 | Na_2SO_4 |
| 18,691 | K_2SO_4 |

c) Perchlorat. — Man verdünnt, bei Berücksichtigung von Chlorat (Absatz d), 125 ccm Lösung II mit Wasser, säuert mit Salpetersäure an und setzt Silbernitrat hinzu. Das erhaltene AgCl gibt

| | |
|--------------------|-------------------------|
| multipliziert mit: | die Prozente: |
| 15,941 | Cl_2O_7 |
| 21,341 | NaClO_4 |
| 24,146 | KClO_4 |

d) Chlorat oder Chlorat und Perchlorat zusammen als Perchlorat. — Man verdünnt 50 ccm Lösung III mit Wasser, säuert mit Salpetersäure an und setzt Silbernitrat hinzu. Das erhaltene AgCl gibt,

bei Berücksichtigung von Chlorat, nach Abzug des bei a) und c) erhaltenen,

| | |
|--------------------|-------------------------|
| multipliziert mit: | die Prozente: |
| 13,153 | Cl_2O_5 |
| 18,554 | NaClO_3 |
| 21,359 | KClO_3 |

und bei Vernachlässigung von Chlorat, nach Abzug des bei a) erhaltenen