

Elektrochemische Untersuchungen in Phenylphosphor- oxychlorid, 5. Mitt.¹:

Eine Verbesserung der Methode zur Bestimmung von Spuren
Wasser und von organischen Stoffen mit aktivem Wasser-
stoff²

Von

V. Gutmann, J. Scherzer und G. Schöber

Aus dem Institut für Anorganische und Allgemeine Chemie der Technischen
Hochschule Wien

Mit 1 Abbildung

(Eingegangen am 7. Februar 1964)

Es wird eine Zelle beschrieben, welche die Serienbestimmung
von Wasser sowie von organischen Verbindungen mit aktivem
Wasserstoff an der Quecksilbertropfelektrode gestattet.

Zur Bestimmung von Wasser und von organischen Stoffen mit ak-
tivem Wasserstoff in Phenylphosphoroxychlorid—Chlorbenzol-Gemischen
an der Quecksilbertropfelektrode² wurde eine Zelle beschrieben, in der
die Stromzuführung zum Bodenquecksilber durch einen Graphitstift
erfolgte. Die Stromstärke änderte sich jedoch in Abhängigkeit von der
Berührungsdauer Bodenquecksilber—Lösung, so daß die Zelle unmittel-
bar vor jeder Messung frisch mit Bodenquecksilber beschickt werden
mußte, was für Serienbestimmungen einen nicht zu unterschätzenden
Nachteil darstellt.

Es wurde nun gefunden, daß sich innerhalb einiger Stunden des Kon-
taktes des Bodenquecksilbers mit dem Lösungsmittelgemisch eine kon-
stante Stromstärke einstellt, die auch nach Erneuerung des Lösungs-
mittelgemisches oder einer Lösung konstant bleibt. Das Auswechseln
des Anodenquecksilbers ist daher nicht notwendig.

¹ 4. Mitt.: *H. Dehn, V. Gutmann und G. Schöber*, Mh. Chem. **94**, 312 (1963).

² *H. Dehn, V. Gutmann und G. Schöber*, Mh. Chem. **93**, 1357 (1962).

Abb. 1 zeigt die neuentwickelte Meßzelle. In dieser ist es möglich, mit ein und demselben Lösungsmittelgemisch Serienbestimmungen vorzunehmen, da der jeweils gebildete Chlorwasserstoff durch Spülung mit einem trockenen Inertgas leicht entfernt werden kann. Mit Hilfe des Hahnes (H_1) ist es möglich, den trockenen Inertgasstrom entweder über die Lösung (z. B. während der Messung) oder durch die Lösung (z. B. nach der Messung) zu leiten. Auch das Bodenquecksilber kann für be-

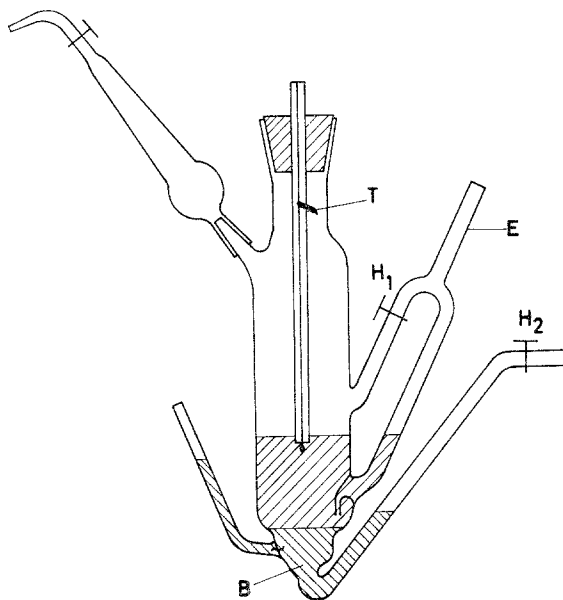


Abb. 1. Meßzelle. (H_1), (H_2) Hähne, (T) Tropfelektrode, (B) Bodenquecksilber, (E) Einleitrohr für N_2

liebig viele Messungen verwendet werden. Lediglich wegen der durch die Tropfkapillare erfolgenden Vermehrung der Quecksilbermenge an der Anode muß von Zeit zu Zeit Hg abgehebert werden, was über den Hahn (H_2) leicht möglich ist, ohne die Hauptmenge des Bodenquecksilbers oder das Lösungsmittelgemisch dabei erneuern zu müssen. Die regelmäßige Entfernung des Quecksilbers kann auch durch eine Kombination mit der Anordnung nach *Rusina*³ erreicht werden.

Die Zelle hat sich bei Serienuntersuchungen bewährt. Es ist anzunehmen, daß sie auch bei zahlreichen anderen polarographischen Serienbestimmungen mit Erfolg heranzuziehen sein wird.

Für die teilweise Unterstützung der Untersuchungen wird der Regierung der Vereinigten Staaten von Amerika gedankt.

³ A. *Rusina*, Chem. Listy 57, 1070 (1963).