

Im Betriebe fließt die Flüssigkeit in der Regel ohne besondere Drosselung aus dem Druckrohr aus, aber in einer gewissen Höhe h über dem Saugbehälter-spiegel. Hierbei tritt die Förderhöhe h an Stelle von h_0 in die Rechnung ein. Somit wird:

$$Q = 0,37 \cdot 0,20 \cdot 60 \cdot 10 \sqrt{2 \cdot 10 (H - h)} \\ = 200 \sqrt{H - h}$$

die wirkliche Fördermenge der Pumpe ausdrücken.

Der Kraftbedarf dürfte etwa 1 PS. ausmachen. Wenn die Leergangsarbeit (bei abgeschlossener Leitung) N_0 schätzungsweise zu 0,5 PS. angenommen wird, läßt sich der Kraftbedarf aus $N_a = N_0 + QH/60.75$ berechnen. Der Wirkungsgrad ϵ oder das Verhältnis der Nutzleistung $Qh/60.75$ zu dem Kraftbedarf N_a wird am günstigsten, wenn $h = 0.7 H$ bis $0.9 H$ ist.

In Fig. 3 ist der Verlauf der Werte von h für $H = 10$ m Ws. aufgezeichnet, ferner die zugehörigen Werte von Q und von Qh (mit

einem Maximum bei $h = \frac{2}{3}H$), schließlich auch N_a und ϵ . Die Größen sind für die Grundmaße a/b mit $\mu = 0.74 = 2\nu$ berechnet. Von praktischer Bedeutung sind nur die ersten Maße bis höchstens $a/b = \frac{1}{3}$.

Fig. 4 zeigt für die Pumpe, in gleicher Weise wie Fig. 2 für den Exhaustor, den Zusammenhang der wichtigsten Größen: Z. B. sei $Q = 200$ l/M. und $h = 9$ m Förderhöhe für die verlangte Leistung gegeben. Man findet rechts nach unten aufgetragen den Wert $Q = 200$ bei der Strömung $c = 1.67$ m/s; darüber bis zu der flach verlaufenden Parabel $H - h = 1$ m. Geht man um $h = 9$ m nach oben hinauf, so erreicht man die ganze Höhe $H = 10$ m und geht in dieser Höhe nach links hinüber, bis die links aufsteigende Parabel geschnitten wird; das geschieht bei dem nach links aufgetragenen Grundmaß $n = 950$ U/Min., wobei die Radumfangsgeschwindigkeit $u = 15$ m/s wird.

Die Zahlenwerte sind, nach den oben entwickelten Formeln, in folgender Tabelle aufgeführt:

		$h = 0$	2	4	6	8	10	12 m Ws.	
$Q = 01$ M		$n = 0$	425	600	735	850	950	1040 U/M;	$H - h = 0$ m
100	$c = 0,83$ m/s	150	450	620	750	860	960	1050	0,25
150	1,25	225	480	640	770	870	975	1060	0,56
200	1,67	300	520	670	790	900	995	1080	1,00
250	2,08	375	565	705	810	925	1020	1100	1,56
300	2,50	450	620	725	860	960	1050	1130	2,25

Zum Schluß dieses Berichtes möchte ich nicht unterlassen, der Deutschen Steinzeugwarenfabrik in Friedrichsfeld i. B. die Anerkennung dafür auszusprechen, daß sie sich entschlossen hat, sowohl im allgemeinen als auch im besonderen Interesse der Benutzer ihrer Maschinen, die Ergebnisse aus den Untersuchungen ihrer Maschinen rückhaltlos der Öffentlichkeit zu übergeben.

Eine Fehlerquelle bei der Bestimmung des Acetons nach der Jodoformmethode.

(Mitteilung aus dem Laboratorium von W. Vaubel zu Darmstadt.)

Von W. VAUBEL und O. SCHEUER.

(Eingeg. d. 18.1. 1905.)

Die Bestimmung des Acetons nach der Jodoformmethode ist zuerst von G. Krämer¹⁾ vor-

geschlagen worden, und zwar zur Bestimmung des Acetongehaltes im Holzgeist. Hierbei kam das gebildete Jodoform als solches zur Wägung, und durfte der Gehalt an Aceton 1% nicht übersteigen. Diese Methode erfuhr eine Abänderung durch J. Messinger²⁾. Nach dessen Methode verfährt man so, daß man die acetonehaltige Lösung mit 5–6%iger Kalilauge versetzt, eine titrierte Jodlösung im Überschuß zugibt und nach dem Ansäuern mit Schwefelsäure und zwei Minuten langem Stehenlassen unter Verwendung von Stärkekleister als Indikator mittels Thiosulfat zurücktitriert.

Die Messingersche Methode entspricht in dieser Fassung noch nicht allen Bedürfnissen. Sie hat dementsprechend vielfach Abänderungen erfahren. Vor einiger Zeit sind wir auf eine besonders ins Gewicht fallende Fehlerquelle aufmerksam geworden, über die wir nachstehend kurz berichten wollen. Die Beobachtung, um die es sich hier handelt, ist bereits vor kurzem von Förster und Gyr³⁾ beschrieben

²⁾ J. Messinger, Berl. Ber. **21**, 33 66(1888).

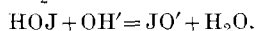
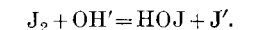
³⁾ F. Förster u. K. Gyr, Z. f. Elektrochem. **9**, 1 (1903).

¹⁾ G. Krämer, Berl. Ber. **13**, 1000 (1880).

worden. Sie war uns aber, als wir mit unseren Versuchen begannen, nicht bekannt und ist von uns also ganz unabhängig von der Veröffentlichung der oben erwähnten Forscher bei Untersuchungen nach der Messingerschen Methode gemacht worden.

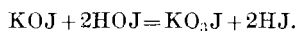
Die Überschrift der Arbeit von Förster und Gyr lautet: „Über die Einwirkung von Jod auf Alkalien“. Der wesentliche Inhalt der Arbeit ist nach dem Referat im Chemischen Centralblatt folgender:

Es ist von Schönbein u. a. auf das sicherste festgestellt worden, daß Jod mit Alkali zunächst Hypojodit bildet. Es treten dabei nebeneinander die Gleichgewichte auf:



Daß die erste Reaktion unvollständig ist, und daß freies Jod neben freiem Alkali beständig ist, konnten Verf. sowohl direkt beweisen, als auch durch die Untersuchung, indem Zusatz von Jodkalium zu einer Lösung von unterjodiger Säure eine starke Jodausscheidung hervorruft. Unterjodige Säure ist wahrscheinlich eine noch schwächere Säure als unterchlorige Säure. Die Menge des freien Jods neben einer bestimmten Menge Hydroxylionen ist im Sinne der Forderungen des Massenwirkungsgesetzes immer größer, je mehr Jodionen die Lösung enthält.

Setzt man Bicarbonat zu einer Lösung von Hypojodit, so wird dadurch die Menge des freien Jods vermindert, weil die Menge der Hydroxylionen vermindert wird. Es bleibt also immer eine gewisse Menge unterjodiger Säure zurück. Dies schließen die Verf. daraus, daß die Lösung weniger Thiosulfat verbraucht als arsenige Säure. Sie nehmen an, daß zwar das freie Jod Thiosulfat zu Tetrathionat oxydiert, daß aber die unterjodige Säure das Thiosulfat direkt zu Sulfat oxydiert. Arsenige Säure wird nicht durch freies Jod oxydiert, sondern nur durch unterjodige Säure. Gelöste Hypojodite gehen allmählich vollständig in Jodat über. Diese Reaktion erfolgt ganz analog der Reaktion des Chlorats nach der Gleichung



Sie erfolgt mit sehr großer Geschwindigkeit und um so langsamer, je größer der Überschuß an freiem Alkali ist. Temperaturerhöhung beschleunigt die Reaktion. Auch die Vermehrung des freien Jodkaliums beschleunigt die Geschwindigkeit der Jodatbildung. Da durch die Jodatbildung die freie unterjodige Säure verbraucht wird, muß gleichzeitig auch das mit dieser im Gleichgewicht befindliche freie Jod verschwinden. Wenn neutrale Oxydationsmittel wie Sauerstoff, Ozon, Wasserstoffsperoxyd, Perjodat usw. auf Jodkalium einwirken, entsteht neben dem freien Jod immer freies Alkali und durch deren Zwischenwirkung Hypojodit und Jodat. Zu beachten ist, daß durch die Reaktion des Hypojodits mit dem Wasserstoffsperoxyd oder mit dem durch die Einwirkung von Ozon auf das

Ätzkali entstandenen Kaliumsuperoxyd ein Teil des Hypojodits unter Sauerstoffentwicklung zerstört wird.

Wenn wir im vorstehenden die Resultate der von Förster und Gyr ausgeführten Untersuchungen etwas ausführlicher wiedergegeben haben, so liegt der Grund darin, daß wir vorerst von einer Erklärung der Tatsachen absehen und uns mit der Wirkung der beobachteten Erscheinungen auf die Acetonbestimmung begnügen wollen.

Unsere bei der Acetonbestimmung gemachten Erfahrungen veranlaßten uns, die Einwirkung von Jod auf Alkali durch einige Versuche klar zu legen. Dieselben ergaben folgendes:

Wenn man 20 ccm $\frac{1}{10}$ -n. Natronlauge mit 20 ccm $\frac{1}{10}$ -n. Jodlösung zusammenbringt und mit Thiosulfat zurücktitriert, so werden direkt verbraucht 4,0 ccm $\frac{1}{10}$ -n. Thiosulfatlösung und nach Zusatz von Essigsäure nochmals 13,2, im ganzen also 17,2 ccm. Es fehlten also 2,8 ccm $\frac{1}{10}$ -n. Thiosulfat, die noch verbraucht hätten werden müssen, wenn der Vorgang der Mischung von Jod auf Alkali unter Bildung von je einem Molekül Jodid und Hypojodit erfolgt sein würde. Zusatz von Schwefelsäure brachte keine Änderung.

Alsdann wurden 30 ccm $\frac{1}{10}$ -n. Natronlauge auf 20 ccm $\frac{1}{10}$ -n. Jodlösung verwendet. Es wurden vor dem Ansäuern 2,0 ccm $\frac{1}{10}$ -n. Thiosulfat und nach dem Ansäuern noch 14,7 ccm $\frac{1}{10}$ -n., im ganzen also 16,7 ccm $\frac{1}{10}$ -n. Thiosulfat verbraucht. Die Menge des in der Natronlauge frei vorhandenen Jods war also gesunken, das Gesamtergebnis noch ungünstiger.

Verwendete man dagegen arsenige Säure zur Titration nach dem Ansäuern und Versetzen mit Bicarbonatlösung, so wurden richtige Resultate erhalten.

Um also wenigstens eine Fehlerquelle bei der Messingerschen Methode der Acetonbestimmung zu vermeiden, ist es notwendig, mit arseniger Säure zurück zu titrieren und nicht mit Thiosulfat.

Die hier mitgeteilte Fehlerquelle scheint übrigens schon früher zur Abänderung der Versuchsanordnungen geführt zu haben. So empfiehlt M. Martz⁴⁾ die Titerstellung des Thiosulfats auf eine bestimmte Menge Jod in Natronlauge gelöst und durch Säure wieder ausgeschieden. Hierdurch wird der Fehler teilweise vermieden werden können, jedoch nicht vollständig, da die oben mitgeteilten Versuche ergeben haben, daß die Größe des Fehlers mit den Verhältnissen von Jod zu Alkali wechselt.

Mitteilungen über weitere Versuche über die titrimetrische Bestimmung des Acetons sollen folgen.

⁴⁾ M. Martz, Rép. de Pharm. 1897, 597; — Pharm. Centralh. 38, 903; — Chem. Centralbl. 1893 II, 238.