

Benzin ausgebreitet wird. Zur Erprobung dieser stationären Anlagen zum Schutze größerer Tanks wurden auf dem Terrain der deutschen Erdölwerke, Wilhelmsburg, von der Hamburger Berufsfeuerwehr Versuche angestellt. Der Größe der hier vorhandenen Tankanlage entsprechend, wurde auch die Perkolöschanlage eingerichtet: Aus zwei großen Eisenbehältern, die unterirdisch gelagert sind und die schaumbildenden Flüssigkeiten enthalten, fördern zwei mit-inander verbundene Dampfpumpen die Flüssigkeiten in ein Rohrsystem. In der Nähe der gefährdeten Stellen werden Mischbehälter in das Rohrnetz eingebaut. In diesen Mischkammern kommen die bisher getrennt gehaltenen Flüssigkeiten zusammen. Es entsteht der zähe Perkoschaum, der sich dann unter Druck in ein anderes Rohrnetz ergießt und entweder direkt dem Behälter mit brennender Flüssigkeit zugeführt wird oder aber durch Anschluß von Schlauchleitungen zum Spritzen Verwendung findet. Die in Wilhelmsburg vorgenommenen Lösungsversuche verliefen folgendermaßen: Ein eiserner Tank, feuergefährliche Flüssigkeit enthaltend und mit vorschriftsmäßiger Umrüstung umgeben, ist durch eine Explosion seines Abschlußdeckels beraubt und in Brand geraten. Außerdem entstand an dem Tank ein Riß. Ein Teil der Flüssigkeit ist ausgelaufen, in die Umrüstung geflossen und brennt hier. Die Ablösung erfolgte mittels Schaumes unter Benutzung zweier Schlauchleitungen innerhalb 2,5 Minuten.

Späterhin wurden in Rotterdam von der Perfekt-Gesellschaft, Berlin, neuerliche Versuche veranstaltet, bei welchen 30 000 Liter Benz in Brand gesetzt wurden. Hierbei handelte es sich hauptsächlich um folgende Punkte, über welche durch die Versuche Klarheit gewonnen werden sollte:

1. Ist es möglich, den Löschschaum durch lange Rohrleitungen zu befördern?

2. Liegt die Möglichkeit vor, den Schaum in einem hohen Standrohr, welches in der Mitte des Tanks gelagert ist, hinaufzuführen und oben am Ende des Rohres ausströmen zu lassen?

3. Wie verhält sich der Schaum in einem mitten im brennenden Tank stehenden durchglühten Rohre?

4. Wie ist die Fallwirkung des Schaumes aus großer Höhe?

5. Wie ist die Widerstandsfähigkeit von gußeisernen Rohren in einem solchen Falle gegenüber der Flammenwirkung?

Durch die Versuche wurden über die genannten Fragen folgende Resultate gezeigt:

1. Der Schaum läßt sich mit Leichtigkeit durch lange Rohrleitungen und ebenso auch durch Schläuche auf weite Entfernung befördern.

2. Der Schaum läßt sich durch Pumpenwerk, genau wie das bei Wasser der Fall ist, in einem Standrohr beliebig hoch drücken.

3. Der Schaum ist in einem hochstehenden durchglühten Rohre absolut widerstandsfähig und nicht der Vernichtung ausgesetzt.

4. Die Fallwirkung ist vorhanden, jedoch ist dieselbe erst wirksam genug, wenn der Schaum aus großer Höhe auf die brennende Fläche herunterfällt, es kann deshalb in der Praxis nur die Seitenlöschung oder eine Kombination derselben in Frage kommen.

5. Die Widerstandsfähigkeit gußeiserner Rohre gegenüber der kolossalen Flammenwirkung ist erwiesen.

Den Vorführungen in Rotterdam folgen die Prüfung des Schaumlöscherfahrens durch das Fire-Prevention Committee London. Näheres über den Verlauf dieser Vorführungen ist zu ersehen aus dem Gutachten des Fire Prevention Committee, welches in Form der bekannten roten Broschüre Rechts-, Staats- und Sozialwissenschaftlicher Verlag, Hannover, erschienen ist.

Infolge der mit Schaumlöscherfahren gewonnenen Erfahrungen sind bereits größere Sicherungsanlagen von Tanks in Ausführung; so führte die Perfekt-Gesellschaft eine Schaumlöschanlage für die Mineralölwerke Drohobitz, Galizien, aus. Auch hat der Regierungspräsident von Schleswig das Schaumsicherungsverfahren bei Tankanlagen vorgeschrieben.

Am Ende unserer Betrachtung angelangt, sehen wir, daß mit dem chemischen Feuerlöscherfahren dann auch bei größeren Bränden achtungswerte Resultate zu erzielen sind, wenn die nötigen Anlagen bereits getroffen sind. Ein zweiter Weg, die Löschwirkung des Wassers durch chemische Zusätze zu steigern, wird bisher im allgemeinen nur im kleinen Maßstabe angewandt. Immerhin erscheint es nicht aussichtslos, daß in Zukunft die Chemie auch bei größeren Bränden als Retterin herangezogen wird, und daß die Löschwirkung des durch unsere Dampfpumpen in das Feuer geschleuderten Wassers durch entsprechende chemische Ingredienzien gesteigert wird.

[A. 237.]

Titanbestimmung durch Titration.

Von EDMUND KNECHT.

(Eingeg. 3/11. 1913.)

In Nr. 83 dieser Zeitschrift veröffentlichten die Herren B. Neumann und R. K. Murphy eine Abhandlung über die Titanbestimmung durch Titration mit Methylenblau, in welcher die Autoren die Umkehrung einer Methode benutzen, die ich¹⁾ 1905 zur quantitativen Bestimmung des Methylenblaus ausgearbeitet hatte. Auf S. 615 äußern sich die Autoren folgendermaßen: „1909 haben Knecht und Hibbert²⁾ auch den Vorschlag gemacht, diese Reaktion auch zur quantitativen Bestimmung des Titans zu verwenden; eine Durchführung der Methode ist aber nicht erfolgt oder nicht gelungen, jedenfalls ist darüber nichts bekannt geworden.“

Es ist mir nicht begreiflich, wie die Autoren diese Behauptung machen konnten, denn die Methode ist in genannter Abhandlung (allerdings nicht, wie angegeben, von Knecht und Hibbert, sondern von E. Hibbert allein) genau beschrieben und durch Belege begründet. In einem 1910 von uns verfaßten Werkchen ist die Methode ebenfalls beschrieben (S. 12 und 56).³⁾

Auf S. 12 heißt es: „Titanium may also be estimated by means of a standard solution of Methylene blue. It is first reduced by zinc and hydrochloric acid to titanous chloride and the solution is titrated with a current of carbon dioxide with standard Methylene blue until a permanent blue colour results.“

Nach unserem Befunde gibt die Methylenblau-Methode sehr befriedigende Resultate, jedoch bin ich mit der auf S. 616 von den Autoren gemachten Behauptung nicht einverstanden. Es heißt da nämlich: „Die Genauigkeit der Methode ist größer als irgend einer anderen Titanbestimmungsmethode, sie ist die einzige Methode, welche gestattet, Titan direkt in Gegenwart von Eisen, Kieselsäure, Tonerde usw. zu bestimmen.“

Schon 1903 gelang es uns⁴⁾, nachzuweisen, daß die Reduktion der Ferrisalze durch Titanchlorür nach der Gleichung



stattfindet, und wir gründeten darauf eine schnelle und genaue Methode zur Bestimmung von Ferri-Eisen, die gegenwärtig vielfach im Gebrauche ist. Es wurde damals schon angegeben, daß die Reaktion zur quantitativen Bestimmung von Titan verwendbar sei; da aber die Methode seither von anderen mit unwesentlichen Modifikationen beschrieben worden ist, kann ich nicht umhin, an dieser Stelle unsere unstreitbare Priorität zu beanspruchen. Eine ausführlichere Beschreibung der Methode findet sich in dem erwähnten Werkchen *New reduction methods*, da aber dieses in Deutschland wenig bekannt zu sein scheint, halte ich es für angebracht, dieselbe hier näher zu beschreiben.

Zur quantitativen Titanbestimmung braucht man dabei nur eine eingestellte Eisenoxydsalzlösung und wir bedienen uns hierzu einer Eisenaula-Lösung (wovon wir immer zu

¹⁾ J. Dyers & Col. **21**, 9 (1905).

²⁾ J. Soc. Chem. Ind. 1909, 189.

³⁾ Knecht und Hibbert; *New reduction methods in volumetric analysis*. London, Longmans, Green & Co. 1910.

⁴⁾ Ber. **36**, 1550 (1903).

diesem und anderen Zwecken einen größeren Vorrat haben), die im Liter 14 g krystallisiertes Eisenalaun und 5 ccm konz. Schwefelsäure enthält. Die genaue Einstellung der Eisenalaunlösung kann entweder nach der gewöhnlichen Permanganatmethode oder durch Titanchlorür (l. e.) geschehen.

Ausführung der Bestimmung.

Eine genau abgewogene Menge (0,5–1 g) des gepulverten und gebrütenen Minerals (z. B. Rutil) wird während etwa 10 Minuten mit dem 10fachen Gewicht Ätzkali geschmolzen und nach dem Abkühlen mit Wasser in ein Becherglas gespült, in welchem ein starker Überschuß von Salzsäure sich befindet. Die erhaltene Lösung wird auf 250 ccm eingestellt, und nun werden 25 ccm in einem mit Bunsenventil versehenen Erlenmeyerkolben mittels granulierte Zink und starker Salzsäure reduziert. Die Reduktion vollzieht sich in der Regel in etwa 10 Minuten, wenn aber viel Eisen zugegen ist, so muß man das Zink wenigstens 20 Minuten einwirken lassen, um eine vollständige Reduktion zu erzielen. Nachdem sich das granulierte Zink in der Säure vollständig gelöst hat, setzt man den Gummi stopfen mit Bunsenventil auf und senkt in die heiße Lösung einen an dem durch das Ventil führenden Platinendraht befestigten Zinkstab. Diesen läßt man in der Lösung verweilen, bis sich dieselbe abgekühlt hat. Man entfernt nun den Stopfen, spült die am Zinkstabe anhaftende Flüssigkeit mit der Waschflasche in den Kolben, leitet durch ein bis fast an das Niveau der Flüssigkeit reichendes Rohr Kohlensäure ein und titriert direkt mit Eisenalaun, unter Zugabe eines großen Überschusses an Rhodankali, bis eine bleibende Rotfärbung entsteht.

Die Methode ist rasch (bei titanreichen Mineralien, wie z. B. Rutil beansprucht eine Bestimmung inklusive Abwägen und Schmelzen etwa 40 Minuten) und liefert genaue Resultate.

Anstatt mit eingestellter Eisenalaunlösung kalt zu titrieren, kann man auch die noch heiße titanchlorürhaltige Lösung unter Einleiten von Kohlensäure mittels eingestellter Methylenblaulösung titrieren. In der Regel verwenden wir die Methylenblaulösung in einer Stärke von ungefähr 2 g im Liter. Die Einstellung geschieht durch Titration mit auf Eisenalaun eingestellter Titanchlorürlösung.

Nach unserer Erfahrung geben beide Methoden gleich genaue Resultate. Wolfram, Molybdän, Vanadin, Zinn und Chrom dürfen nicht zugegen sein.

Eine kleine Modifikation der oben angeführten Titration mit Eisenalaun besteht darin, daß man an Stelle von Rhodankalium einen Tropfen verd. Methylenblaulösung als Indicator verwendet. Wie bei der von uns beschriebenen Chinonbestimmung⁵), zeigt sich dabei eine Bevorzugungswirkung, indem das Methylenblau nicht eher entfärbt wird, bis alles Titanchlorür in Titanchlorid übergegangen ist. Diese Modifikation hat den Vorteil, daß man mit der Titration nicht zu warten braucht, bis die Lösung sich abgekühlt hat.

Schließlich möge noch erwähnt sein, daß sich das Methylenblau ebenfalls zur quantitativen Bestimmung des Hydroxulfits⁶), des Molybdäns⁷), des Zinnchlorurs⁸), des Chroms⁹) und des Vanadins⁹) eignet.

*Faculty of Technology, Manchester University,
Oct. 30, 1913.*

Ein neuer elektromagnetischer Rührer.

Von HENRIK WEGELIUS.

(Eingeeg. 21.10. 1913.)

Gelegentlich einer Untersuchung über die Nitrosylschwefelsäure stand ich vor der Aufgabe, energische Umrührung einer Flüssigkeit, die unter Luftabschluß mit che-

⁵⁾ Ber. 43, 3455 (1910).

⁶⁾ Knecht und Hibbert, Ber. 40, 3819 (1907).

⁷⁾ Knecht und Attack, Analyst, 1911, 98.

⁸⁾ Attack, J. Dyers & Col. 29, 9 (1913).

⁹⁾ Attack, Analyst 1913, 99.

misch sehr aktiven Gasen (Stickoxyd und Stickstoffperoxyd) sich im Gleichgewicht einstellen sollte, zu bewirken. Aus apparatetechnischen Gründen war ein Schütteln des ganzen Reaktionsgefäßes ausgeschlossen. Glasrührer mit Quecksilberverschluß o. dgl. konnten nicht in Frage kommen, weil die genannten Gase sowohl Quecksilber wie jede andere Flüssigkeit zu stark angreifen. So ergab sich von selbst die Aufgabe, einen energisch wirkenden elektromagnetischen Rührer, bei dem alle Eisenteile durch einen chemisch widerstandsfähigen Überzug überdeckt waren, auszudenken. Die

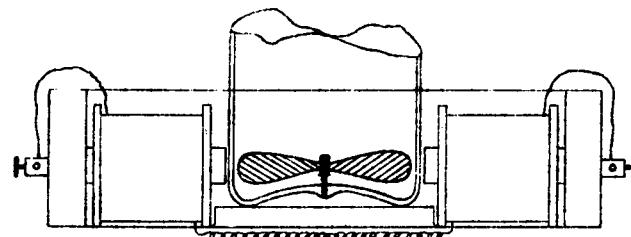


Fig. 1.

direkte Aufforderung zur Konstruktion eines solchen Apparates verdanke ich indessen Prof. Dr. G. Bredig, wofür ihm mein bester Dank gebührt. Da mein Rührer schon mehrere Jahre ausprobiert ist, meine Untersuchung über das Stabilitätsgebiet der festen Nitrosylschwefelsäure aber in der nächsten Zukunft aus äußeren Gründen nicht fortgeführt werden kann, glaubte ich Kolllegen, die vor ähnlichen Aufgaben sich gestellt sehen, durch eine kurze Beschreibung meines Umrührapparates eventuell nützen zu können.

Der eigentliche Rührer besteht aus einem platierten oder vergoldeten propellerförmigen Körper aus weichstem Eisen (Fig. 1 und 2), der um eine in den Boden des Reaktionsgefäßes eingeschmolzene Platinachse von ca. 1 mm Durchmesser frei rotieren kann. Um zu vermeiden, daß Eisen infolge der wenn auch geringen Abnutzung durch die Rotation dem Angriffe der Lösung ausgesetzt werde, ist zu dieser Achse passend in den Eisenkörper ein Platin-

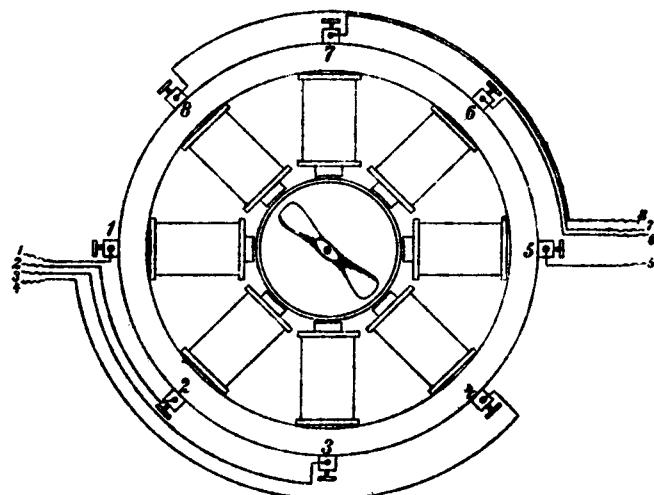


Fig. 2.

ring von $\frac{1}{2}$ –1 mm Dicke eingelegt. Um den Rührer festzuhalten, trägt die Achse zwei Verdickungen. Das Einschmelzen der Platinachse geschieht zweckmäßig so, daß der schon fertiggestellte, nach der beabsichtigten Größe des Reaktionsgefäßes dimensionierte Rührer mitsamt Achse mittels Kupferdraht, dessen Enden durch den Gefäßhals geführt sind, in dem vorläufig bodenlosen Reaktionsgefäß festgehalten wird. Jetzt wird der Boden zugeschmolzen, in den halbfliessigen Boden die Platinachse eingedrückt und nach erneutem Erwärmen in der Flamme dem Boden durch Blasen die gewünschte Form gegeben. Bei dieser Arbeit fand ich es am bequemsten, einen Kautschukschlauch über den Flaschenhals zu schieben. Wenn der Rührer schon