

8. Normen für Zement bei Verwendung in der chemischen Industrie, als Ergänzung der schon länger bestehenden Normen über Zusammensetzung und Bruchfestigkeit dieses Stoffes — angeregt vom Verein deutscher Chemiker.

9. Farbenbestimmung nach Prof. Ostwalds Vorschlägen als Norm. In Zusammenarbeit mit der Färberei, Textilindustrie und verwandten Berufen, um den unzähligen Phantasienamen willkürlicher Herkunft zum mindesten im Geschäftsverkehr ein Ende zu machen. Dem Kaufmann sollte es überlassen bleiben, ob er die Phantasienamen als Anreiz für das kaufende Publikum beibehält, was allerdings zu erwarten ist.

Damit ist die Reihe der Arbeiten natürlich längst nicht erschöpft, eine weitere Aufzählung würde aber den zur Verfügung stehenden Raum überschreiten.

Die vorliegenden Ausführungen sollen nur bezeichnen, der angewandten Chemie ihren Platz im Rahmen des Normenausschusses der Deutschen Industrie anzudeuten.

Die ehemaligen, in den chemischen Berufen noch zahlreichen Freunde der „Brücke“ werden es mit Genugtuung begrüßen, daß der von Prof. Ostwald geprägte Imperativ: „Vergeude keine Energie, sondern werte sie!“ dem Normenausschuß zur Richtschnur dient. Man kann geradezu behaupten, daß der Normenausschuß den Wiederaufbau der „Brücke“ in die Wege leitet, allerdings mehr auf praktisch angewandten, statt auf rein wissenschaftlichen Fundamenten. Die Gründe, die s. Zt. zum Zusammenbruch der „Brücke“ führten, waren wohl nur darin zu suchen, daß die große Masse und die gesamte deutsche Industrie im Gleichmaß der Friedensarbeit nicht für die Notwendigkeit der großen, in der „Brücke“ gepflegten Organisationsgedanken zu erwärmen war; erst die Not der heutigen Zeit hat den Boden vorbereitet, der dem damals gestreuten Samen das Wachsen ermöglicht.

[A. 18.]

Nachschrift der Schriftleitung.

Bei der Gründungssitzung ist unser Verein durch Herrn Direktor F. Russig vertreten worden.

Wir haben darauf hingewiesen, daß unser Verein bereits in den „Berichten der Echtheitskommission“ der Fachgruppe für Chemie der Farben und Textilindustrie „Normen“ herausgegeben hat. Zur weiteren Ausarbeitung von Normen hat sich der Vorstand bereit erklärt und deswegen bereits mit den Vorständen der Fachgruppen in Verbindung gesetzt. Die Vertretung des Vereins in dem Normenausschuß hat der Vorsitzende, Herr Dr. Diehl, übernommen; in den Beirat ist Herr Dir. Dr. Bosch entsendet worden. R.

Über die ausgebrauchte Gasreinigungsmasse der Gasanstalten und die Untersuchung dieses Materials.

Von Dr. WENTZEL.

Chemiker der städtischen Gaswerke in Charlottenburg.
(Eingeg. 28./2. 1918.)

In der Einleitung zu der unter diesem Titel gemachten Mitteilung¹⁾ ist gesagt, es erschien den Verfassern, als hauptsächlich am Verkauf und Kauf Beteiligten wünschenswert, die mannigfachen Untersuchungsverfahren zu ersetzen durch eine Arbeitsweise, die billigen Ansprüchen gerecht wird und andererseits auch ein schnelles Arbeiten ermöglicht. Ferner wäre in diesem Zusammenhang nicht der Ort, auf das Für und Wider der recht zahlreichen Methoden einzugehen, auch nicht nachzuprüfen, ob das hier genannte Untersuchungsverfahren beträchtliche analytische Fehlerquellen enthält. Es solle aber betont werden, daß sich die zu erwähnenden Untersuchungsverfahren bewährt haben und gerade deshalb Anerkennung und weitere Kenntnis verdienen, weil sie wohl geeignet seien, für die Berechnung des Wertes des genannten Abfallproduktes der Gasindustrie herangezogen zu werden.

Worin die billigen Ansprüche bestehen, ist nicht gesagt. Auf Genauigkeit darf scheinbar nicht Anspruch gemacht werden, da sich die Verfasser in diesem Punkte besonders vor der Prüfung auf etwaige Fehlerquellen verwahren. Die Hauptsache scheint ihnen demnach die Schnelligkeit zu sein, mit der eine Untersuchung des Materials gemacht werden kann.

Bei der großen Wichtigkeit, die die ausgebrauchte Gasreinigungsmasse und ihre Verwendung gerade in der jetzigen Zeit gewonnen hat, halte ich es für eine Pflicht, im einzelnen auf die mitgeteilten Verfahren einzugehen, da ein Schweigen als Einverständnis ge-

deutet werden könnte, und dies um so mehr, als die Verfasser zum Teil zu den Großabnehmern der meisten Gaswerke gehören.

Da ist nun zunächst unter „Allgemeines“ gesagt: „Eine besondere Vorbereitung der Massen findet nicht statt. Das Material ist bekanntlich in Rücksicht auf seinen Verwendungszweck bereits von sandigem Charakter, was sich auch durch die Anwendung in den Reinigerkästen nicht ändert.“

Ich weiß nicht, in welchem Gaswerksbetrieb die Verfasser diese Überzeugung erhalten haben. Bei der heutigen allgemein üblichen Betriebsweise der Reinigung, bei der eine Masse mitunter ein ganzes Jahr im Kasten liegt, ehe sie herauskommt, pflegt dieselbe alles andere als einen sandigen Charakter zu besitzen. Die Betriebsleiter würden sich sehr freuen, wenn diese Eigenschaft vorhanden wäre. Wieviel Löhne bei dem mühseligen Aufpicken, wieviel Material an zerbrochenen Horden könnte gespart werden! Nein, die Masse bedarf, wenn sie aus dem Kasten kommt, einer gründlichen Aufbereitung, da sie so ein Material darstellt, welches mit den in Laboratorien gemeinhin vorhandenen Zerkleinerungsapparaten, geschweige denn mit einer Kaffeemühle, nicht für die Untersuchung vorzubereiten ist. Im hiesigen Gaswerk wird die Masse nach dem Ausbringen aus dem Reiniger so weit zerkleinert, daß die darin befindlichen Knollen die Größe einer Faust nicht übersteigen. Dann kommt die Masse in den Wender und ist darauf zum Versand fertig.

Von jedem verladenen Wagen wird nun eine Durchschnittsprobe von etwa 10—15 kg genommen. Dieselbe wird gestampft, durchgeschauft, im Quadrat ausgebreitet und durch Ziehen der Diagonalen und Entfernen je zweier gegenüberliegender Dreiecke auf etwa 5 kg gebracht. Nun wird sie noch durch ein Sieb von 5 qmm Maschenweite getrieben, Zurückbleibendes so weit zerkleinert, daß es ebenfalls hindurchgeht. Aus dieser Probe werden dann 3 Musterflaschen von etwa 250 g Inhalt, die für die eigene Untersuchung, den Käufer und die eventuelle Schiedsanalyse bestimmt sind, abgefüllt und versiegelt.

Was nun die Untersuchung dieser Proben selbst anlangt, so ist es bei genügender Sorgfalt absolut überflüssig, dieselben doppelt anzu-setzen. Hingegen dürfte es sich dringend empfehlen, zur Bestimmung der Feuchtigkeit eine erheblich größere Menge, 100 g, zu verwenden. Dieselben werden in der Porzellanschale im Wassertrockenschrank bei etwa 80° bis zum konstanten Gewicht getrocknet, wobei man die Masse jedesmal nach dem Herausbringen aus dem Trockenschrank 2 Stunden im Wägezimnier offen stehen läßt, ehe man sie zurückwägt.

Zur Bestimmung des Schwefels und des Blauen wird die getrocknete Masse fein zerrieben.

Die Bestimmung des Rohschwefels nach der von den Verfassern empfohlenen Methode muß wegen ihrer großen Ungenauigkeit und Verschwendungen an Schwefelkohlenstoff, ohne daß dabei eine wesentliche Zeiterparnis zu erzielen ist, verworfen werden. Als vorzüglich in Genauigkeit und Schnelligkeit ist die allgemein bekannte Methode der Extraktion nach Dreh schmidt (J. f. Gasbel. 1892, 269) anzusehen, welche auch noch den Vorteil hat, daß sie in sich selbst eine Kontrolle für richtiges Arbeiten birgt, indem man nämlich auch die im Goochtriegel extrahierte Masse wieder in den Trockenschrank stellt und zurückwägt. Bei richtiger Arbeitsweise wird eine Differenz, die 0,2% übersteigt, kaum vorkommen.

Der Rohschwefel enthält immer etwas Teer, welcher auch durch eine nachträgliche Waschung mit Äther, wie Bertelsmann vorschreibt (Leuchtgasindustrie I, S. 272), sich nicht entfernen läßt. Will man daher den Gehalt an Reinschwefel feststellen, so bringt man den Kolbeninhalt der Dreh schmidt'schen Extraktion wieder in Lösung und spült in eine Porzellanschale, aus der man das Lösungsmittel auf dem Wasserbade verdunstet. Vom Rückstand oxydiert man 0,5 g vorsichtig in einem Erlenmeyer-Kolben mit aufgelegtem Uhrglas mittels rauchender Salpetersäure. Sobald kein ungelöster Schwefel mehr zu sehen ist, bringt man den Inhalt des Kolbens in eine Porzellanschale und dampft zweimal mit konz. Salzsäure auf wenige ccm ein. Man nimmt mit verdünnter Salzsäure auf, filtriert von der Kiesel säure und fällt wie üblich in der Hitze mit Bariumchlorid.

Die Differenz zwischen beiden Bestimmungen zeigt die Höhe der im Rohschwefel enthaltenen Verunreinigungen an, welche meistens 1,5% nicht zu übersteigen pflegen. Ausnahmsweise erhält ich bei einer Masse, die besonders lange im Kasten gelegen hatte, aber nur dreimal gebraucht war, 2,6% Differenz.

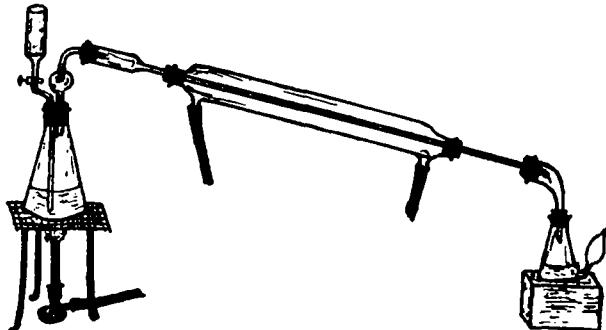
Die Bestimmung des Berlinerblaus nach Knublauch endlich ist natürlich einwandfrei. Daß aber diese Bestimmung besonders einfach und schnell auszuführen sei, wird weniger leicht behauptet werden können. Schon allein die Extraktion des Blauen mit Kalilauge nimmt 12—16 Stunden in Anspruch. Das Hineinbringen des

¹⁾ Angew. Chem. 31, I, 45 [1918].

ersetzen Blaus mit dem Filter in den 250 ccm-Kolben ist ferner eine heikle Sache, die äußerste Sorgfalt und Geschicklichkeit erfordert. Und schließlich ist auch die Titriermethode mit Tüpfel- und Filtrierter eine umständliche und zeitraubende Operation.

Ich habe daher schon vor mehreren Jahren, als mit unseren Abnehmern die K n u b l a u c h s e Methode für die Blaubestimmung als maßgebend vereinbart war, mich nach einer bequemeren und schnelleren Methode umgesehen und habe als solche die F e l d - sche, welche bei großer Genauigkeit in kaum 2 Stunden auszuführen ist, erkannt.

Zu ihrer Ausführung werden 2 g Masse mit 1 ccm Eisenvitriollösung (28 g FeSO₄ in 100 ccm) und 5 ccm Natronlauge (32 g NaOH in 100 ccm) in einer glasierten Porzellschale 5 Minuten lang verrieben. Dann röhrt man 10 ccm Chlormagnesiumlösung (610 g im Liter) hinein und spült den Brei mit heißem Wasser in einen Erlenmeyerkolben von etwa 750 ccm Inhalt, setzt weitere 20 ccm Chlormagnesiumlösung und so viel Wasser hinzu, daß die Flüssigkeit etwa



250 ccm beträgt. Man kocht 5 Minuten lang, setzt 100 ccm siedende Quecksilberchloridlösung (27,1 g im Liter) zu und kocht abermals 10 Minuten. Es ist hierbei zu beachten, daß beim Zusatz der Quecksilberlösung die Farbe der Flüssigkeit aus dem Grüngrau ins Braunrote übergehen muß.

Nun setzt man auf den Kolben einen doppelt durchbohrten Stopfen, der einen Siedeaufsatz und einen Tropfrichter trägt, schließt an einen Kühlrohr an und benutzt als Vorlage eine solche nach V o l l h a r d t , in der sich 20 ccm Natronlauge (60 g im Liter) befinden. (Siehe Abbildung).

Aus dem Tropfrichter läßt man 30 ccm Schwefelsäure (392 g im Liter) zufliessen und destilliert 20 Minuten lang. Das Destillat wird dann in einen 200 ccm-Kolben gespült, zur Entfernung des Schwefelwasserstoffs mit etwas Bleicarbonat geschüttelt, zur Marke aufgefüllt, nochmals durchgeschüttelt und filtriert. 100 ccm des Filtrats gleich 1 g Substanz wird nach Zusatz von 5 ccm Jodkaliumlösung (12,5 g in 300 ccm) mit $\frac{1}{10}$ -n-Silbernitratlösung titriert.

$$1 \text{ ccm } \cdot \frac{1}{10} \text{ AgNO}_3 = 0,009556 \text{ g Blau.}$$

Bei den von mir nach F e l d und K n u b l a u c h untersuchten Massen betragen die Unterschiede in den Resultaten nie mehr als höchstens 0,3%. Absolute Übereinstimmung erhielt ich immer, wenn ich die Extraktion nach K n u b l a u c h machte und dann vom Filtrat 50 ccm = 2 g mit 50 ccm Magnesiumchloridlösung kochte. Im übrigen blieb der Gang der Untersuchung derselbe.

Jetzt arbeite ich nur noch nach der F e l d s e n e Methode; diese ist auch als maßgebend mit unseren Abnehmern vereinbart, und ich kann ihr nur weiterhin allgemeine Verbreitung wünschen.

Die Quecksilberrückstände werden gesammelt, vom Schlamm filtriert und die Quecksilbersulfatlösung mit Bariumchlorid versetzt. Die vom Bariumsulfat befreite Lösung wird auf die gewünschte Stärke eingedampft. Sie enthält allerdings etwas Eisen, was jedoch bei dieser Bestimmung belanglos ist. Legt man Wert auf absolute Reinheit, so muß man in die Lösung der Quecksilberreste Schwefelwasserstoff einleiten und das erhaltene Quecksilbersulfid durch Lösen in Salzsäure unter Zusatz von Brom oder chlorsaurem Kalium in Quecksilberchlorid überführen.

[A. 20.]

Zur Untersuchung ausgebrauchter Gasreinigungsmassen.

Von Dr. V. HOTTENROTH.

(Eingeg. 6/3 1918)

In Heft 15 des laufenden Jahrganges dieser Zeitschrift¹⁾ veröffentlicht die Wirtschaftliche Vereinigung deutscher Gaswerke,

¹⁾ Angew. Chem. 31, I, 45 [1918].

Cöln, in Gemeinschaft mit der Deutschen Gold- und Silber-Scheideanstalt, Frankfurt a. M., mehrere Analysenvorschriften für die Untersuchung ausgebrauchter Gasreinigungsmassen, und zwar für die Bestimmung von Trockenverlust, Schwefel- und Blaugehalt. Am Schlusse der Abhandlung ist bemerkt, daß es sich lediglich um eine Konventionsmethode handle; doch habe „die Vorschrift bis heute die Beteiligten sehr befriedigt“.

Diese Bemerkung, die bei dem unbefangenen Leser den Anschein erwecken wird, als seien tatsächlich von keiner Seite Bedenken gegen diese Bestimmungsmethoden erhoben worden, darf bezüglich der S c h w e f e l b e s t i m m u n g nicht unwidersprochen bleiben.

Es ist zunächst darauf hinzuweisen, daß in dem betreffenden Abschnitt, der überschrieben ist „Bestimmung des Schwefels“, nur der „Prozentgehalt an R o h s c h w e f e l“ festgestellt wird, was aber erst am Schlusse des betreffenden Abschnittes gesagt ist. Dieser Rohschwefel enthält alle in Schwefelkohlenstoff löslichen Festsubstanzen der Gasmasse. Es kommen wohl Massen vor, deren Rohschwefelgehalt dem Gehalt an Reinschwefel sehr nahe kommt, in welchen also der Rohschwefel nahezu 100% Reinschwefel enthält. Das sind aber Ausnahmen. Meist enthält der Rohschwefel noch rund etwa 10% Verunreinigungen, gewöhnlich braune Teersubstanzen; nicht selten steigt deren Menge aber auch auf 20—30%! Es wurden z. B. bei acht verschiedenen Gasmassen folgende Werte festgestellt:

	Rohschwefel	Reinschwefel im Rohschwefel	Reinschwefel
	%	%	%
1.	60,00	92,29	55,40
2.	50,10	99,02	49,60
3.	45,80	81,17	37,20
4.	39,60	69,50	27,50
5.	61,30	92,70	56,80
6.	55,70	91,70	51,30
7.	37,50	90,64	34,00
8.	63,90	91,20	58,30

Wer also beispielsweise die Masse Nr. 4 auf Rohschwefelgehalt hin kauft und glaubt, nahezu 40% der Masse bestehe aus Schwefel, wird sich bitter enttäuscht sehen, wenn seine Ausbeute nur etwa 27% beträgt.

Eine solche Methode, die nur ganz bedingungsweise annähernd richtige Resultate gibt (nämlich nur bei Abwesenheit größerer Teermengen), in der Mehrzahl der Fälle aber den Käufer über den wirklichen Schwefelgehalt seiner Masse ganz im unklaren läßt, kann nicht als einwandfrei und befriedigend bezeichnet werden. Dies hatte offenbar auch die Deutsche Gold- und Silberscheideanstalt erkannt; denn in brieflicher Mitteilung gab sie unlängst als ihre Bestimmungsmethode an, daß sie den Rohschwefel zwecks Entfernung der teeren Beimengungen noch mit Äther behandelt. (Methode von D r e h - s c h m i d t , vgl. Leuchtgasindustrie 1911, 272.)

Wenn die mitgeteilten Methoden einen großen Kreis von Interessenten, besonders früher, befriedigt haben, so wird das zum Teil wohl darauf zurückzuführen sein, daß es vielen nur auf den Cyan-gehalt ankam, gegen dessen Bestimmung nach der K n u b l a u c h - s e n e Methode auch nichts einzuwenden ist. Wem es aber auf die Verwertung des in der Gasmasse enthaltenen Schwefels ankommt, den kann nur eine Bestimmungsmethode befriedigen, die ihn über den wirklichen Schwefelgehalt der Masse nicht im unklaren läßt. Hierzu ist eine Weiterbehandlung des „Rohschwefels“ erforderlich, sei es, daß man die teeren Beimengungen entfernt oder daß man durch Oxydation den Schwefel in Schwefelsäure überführt und als BaSO₄ bestimmt. Näher auf diese Bestimmungsmethoden einzugehen, ist nicht der Zweck dieser Zeilen, zumal auch zurzeit vergleichende Untersuchungen über die Brauchbarkeit der einzelnen Methoden vom Laboratorium F r e s e n i u s in Wiesbaden in Gemeinschaft mit verschiedenen Interessenten ausgeführt werden.

[A. 24.]

Entgegnung.

Auf diesen Aufsatz des Herrn Dr. V. H o t t e n r o t h erwidern wir folgendes:

Unsere Analysenmethode bei der Untersuchung von Gasreinigungsmassen bezieht sich auf ein neuerliches Abkommen bzw. Übereinkommen zwischen Gasanstalten als Erzeugern und Fabriken als Verbrauchern. Daß andere Extraktivstoffe als Schwefel mitgewogen werden, ist allen Beteiligten klar. Eine Behandlung des Schwefel-