

ter Temperatur durch eine genau dimensionierte Capillare gedrückt, eine bestimmte Steighöhe erreicht. Der Vorteil dieses Apparates besteht darin, daß man durch eine einzige Manipulation, nämlich das Öffnen eines Dreiwegehahnes, unmittelbar den Druck und damit die absolute Zähigkeit mißt und innerhalb kurzer Zeit mit einer Füllung die ganze Viscositätskurve bestimmen kann, indem man das Öl beliebig weit abgestuft erwärmt (Fig. 9).

Ich möchte nun meine Mitteilungen nicht schließen, ohne noch auf einige neuere Arbeiten hingewiesen zu haben, über die wir allerdings etwas reichlich durch die Tageszeitungen und zum Teil auch durch Mitteilungen in wissenschaftlichen Blättern unterrichtet wurden. Es ist dies das Kapitel der Gewinnung von Schmierölen aus dem Urteer. Die Gewinnung von Schmierölen auf diesem Wege ist im Werden. Die Mehrheit von dem, was bisher an die Öffentlichkeit kam, basiert auf reinen Laboratoriumsversuchen. Wir selbst haben nie Großversuche geleitet und darüber noch wenig berichtet. Auch das, was Dr. Roser in der Stahlwerks-Kommission des Verbandes Deutscher Eisenhüttenleute im Vorjahre vorgetragen hat, ist bei weitem noch nicht das letzte Wort der Großtechnik. Nicht unerwähnt bleiben darf hier das große Verdienst, was der Unternehmertegeist und die Techniker der Deutschen Erdöl-A.-Ges. in Rositz auf diesem Gebiete sich er-

der Teere, die in den meisten Fällen infolge ihres Paraffingehaltes hochstockende Öle ergibt, welche infolge des Vorhandenseins von ungesättigten Kohlenwasserstoffen zur Asphaltbildung neigen, sich durch schnelle Destillation mit hoch überhitztem Wasserdampf, so, wie dies Franz Fischer bereits im Laboratorium gezeigt hat, und wie es eine alte Technik der Destillation von asphaltogenem Zylinderöl ist, durchführen läßt. Die Entparaffinierung gelingt sowohl nach dem gewöhnlichen Kälteverfahren, wie nach dem Edelcanuschen Verfahren. Es scheint auch, als ob außer der schwefligen Säure andere Lösungsmittel in annähernd gleich günstiger Weise herangezogen werden können.

Dem Chemiker bietet der Urteer noch einige interessante Probleme.

Das Gebiet der Teerfettöle in ihrer großen Bedeutung für die Innenwirtschaft kann nur erwähnt werden. Es bietet Stoff für eine gesonderte Mitteilung.

Ziehen wir aus dem gesamt Gesagten den Schluß, so kann er in folgenden Worten zusammengefaßt werden:

Wir können in den Anforderungen an die Öle, die wir im Betriebe gebrauchen, erheblich herabgehen. Wir müssen nur die Verwendbarkeit im einzelnen von Fall zu Fall im Betriebe selbst beobachten, sowohl durch Temperaturmessungen an den Ölverbrauchsstellen, wie durch Indizierung oder elektrische Kraftmessung der Maschinen. Wir können weiter eine scharfe Selektion zwischen den vielen Ölqualitäten treffen und zu verhältnismäßig wenigen erstklassigen und scheinbar sekundären Sorten kommen. Wir können unsere Inlandsöle — sowohl die aus Mineralöl, wie die aus Teeren — besser gewinnen, nachdem erkannt ist, welchen nachteiligen Einfluß verharzende und asphaltbildende Beimengungen haben. (Hier ist die Art der Destillation ausschlaggebend, die primär so geführt werden muß, daß in möglichst geringem Umfange Krakzersetzungen auftreten, weil die durch Krakung entstandenen ungesättigten Verbindungen asphaltogene Substanzen sind.)

Wir können Urteere voraussichtlich in maßbarer Zeit auch wirtschaftlich gewinnen, wenn die staatliche Hilfe für die Übergangszeit nicht versagt wird.

Die Industrie selbst müßte daher das größte Interesse daran haben, sich vor Erzeugnissen zu schützen, die als Luxuspräparate anzusehen sind, zu deren Aufnahme wir heute, unter den traurigen

Verhältnissen, in denen wir durch unsere Innenwirtschaft zur Außenwelt stehen, nicht imstande sind. Hier kann die Industrie sich nur selbst helfen.

Es bleibt die Frage offen: Wird die deutsche Industrie aus sich selbst dieses Ziel zu erreichen suchen, für das die Wege gebaut sind? Ich möchte diese und jetzt häufig höhnisch gestellte Frage mit einem ernststen „Ja“ beantworten? [A. 149.]

Zur Wolframbestimmung in Ferrowolfram.

(Mitteilung aus dem Laboratorium der Mannesmannröhren-Werke Saarbrücken.)

Von Chefchemiker Dr. Ludwig Löwy.

(Eingeg. 20.10. 1919.)

Bekanntlich läßt sich Ferrowolfram entweder durch oxydierendes Schmelzen mit Alkalien oder nach Wolter¹⁾ mittels Kaliumbisulfat leicht und vollständig aufschließen, während die übrigen

¹⁾ Jetzt im Oktober, bei Durchsicht der Niederschrift, habe ich leider das Empfinden, daß ich zur Zeit des Vortrages noch zu optimistisch war. Die Verhältnisse haben mir in ihrer Entwicklung Unrecht gegeben. Wir werden auf dem Schmierölgebiet in der deutschen Industrie noch lange Zeit gebrauchen, bis wir zu der Anwendung der Erfahrungen kommen, die handgreiflich für jedes denkende Wesen vor uns liegen. Wir werden amerikanische Raffinate wie amerikanische Zigaretten gebrauchen, ganz gleich, ob sie 0,2 und mehr Prozente Asche enthalten oder gesundheitsschädlich sind. Aber die Völker draußen werden die Erfahrungen, die bei uns gemacht werden, ausnutzen und uns mit Recht das Volk der Denker nennen.

¹⁾ Chemiker-Ztg. 34, 2 [1910].

Viscosimeter „Duffing“

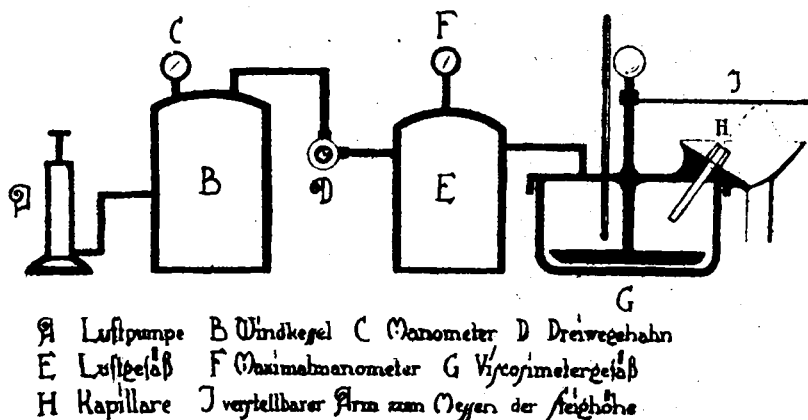


Fig. 9.

worben haben. Es hat wichtige und bleibende Werte zu schaffen vermocht. Ich darf aber sagen, daß es daneben inzwischen besonders auch mit unseren Arbeiten gelungen ist, beweislich darzutun, daß bei richtiger Führung des Generatorbetriebes sowohl an den Stellen, an denen das Gas die Hauptsache ist, und der anfallende Urteer das eigentliche Nebenerzeugnis, wie auch an den Stellen, an denen die Teergewinnung im Vordergrund steht, das Problem technisch gelöst worden ist. Die gewonnenen Teere ergeben bei einer dem Sonderfalle angepaßten Verarbeitung Öle, die für viele Zwecke gut verwendbar sind, und die unter gewissen Umständen auch eine Wirtschaftlichkeit der besonderen Anlagen bei weiterer Durchbildung der Verfahrensarten zusichern dürften. Hier ist es erforderlich, daß der Staat hilft, indem er für die Anlagen, in denen solche, ich darf wohl sagen, Edelzeugnisse gewonnen werden, einen Erlaß der Kohlensteuer eintreten läßt⁶⁾. Denn heute sind die Anlagen noch so teuer, daß ihnen sonst, bei Erhebung der Kohlensteuer, von vornherein der wirtschaftliche Todeskeim mit auf den Weg gegeben würde.

Über die Verfahrensarten selbst möchte ich mich an dieser Stelle nicht weiter auslassen. Bedingung ist nicht so sehr, daß die Temperaturen, bei denen der Teer aus den Kohlen ausgetrieben wird, unbedingt niedrig sein müssen, als daß die Teere mit größter Beschleunigung der Einwirkung der Wärme entzogen werden. Weiter ist es wichtig, eine Unabhängigkeit der Schmelzeit von der Vergasungstätigkeit des Generators zu schaffen. Für beide Forderungen sind die Lösungen gefunden. Sie werden sich im Laufe der Zeit sicher so vereinfachen lassen, daß die letzten Schwierigkeiten behoben werden.

Auf die weiteren Einzelverhältnisse kann ich wegen der Kürze der Zeit nicht eingehen. Nur muß noch gesagt sein, daß die Zerlegung

⁶⁾ § 5 des Kohlensteuergesetzes gibt hierzu die gesicherte Handhabe.

Verfahren (z. B. Königswasser, Bromsalzsäure usw.) zeitraubend und umständlich sind, auch findet durch sie meistens nur eine unvollkommene Zersetzung des Wolframeisens statt. Nach dem Verfahren von *Wolter* wird das Material in einem Platintiegel von 40–45 cm Inhalt mit der 30fachen Menge Kaliumbisulfat geschmolzen. Bei dieser Operation wird der Platintiegel etwas angegriffen. Nun fand vor einigen Jahren der uns inzwischen leider durch den Tod entriessene Professor Dr. F. P. *Treadwell* in Zürich, als wir eine Legierung, bestehend aus ca. 98% Wolfram und 2% Thorium (Fäden für elektrische Glühbirnen) untersuchten, daß sich dieselbe durch Ammoniumsulfat und konzentrierte Schwefelsäure im Porzellan- oder Platintiegel glatt aufschließen ließ. Auf demselben Wege konnten *Treadwell* und *Brunner*²⁾ die in Säuren unlöslichen Alkalisalze komplexer Wolframsäuren von der allgemeinen Formel $R_2WO_4 \cdot WO_3 \cdot WO_3$ in Lösung bringen und fanden somit eine genaue Methode zur Bestimmung der Alkalien in Wolframbronzen.

Es zeigte sich nun, daß auch Ferrowolfram durch Ammoniumsulfat und konzentrierte Schwefelsäure im Porzellan- oder Platintiegel restlos aufgeschlossen werden kann. Die Reaktion verläuft etwas langsamer als bei dem eingangs erwähnten Verfahren von *Wolter*, jedoch ohne Angriff des Platins oder Porzellans. Die Bestimmung wird wie folgt ausgeführt:

0,5 g des in der Achatsohle feinstgepulverten Ferrowolframs wird in einem Porzellantiegel von 40–50 cm Inhalt mit 4 g reinem Ammoniumsulfat und 4 cm reiner konzentrierter Schwefelsäure versetzt und über einem 1 cm hohen Bunsenflämmchen unter öfterem Schütteln des Tiegels sorgfältig erhitzt. Die Entfernung des Tiegelbodens von der Flamme halte man anfangs auf etwa 10 cm. Um durch die bald auftretende lebhaftere SO_2 -Entwicklung keine Verluste zu haben, wird der Tiegel bedeckt und während des Umschüttelns der Tiegeldeckel auf ein Uhrglas gelegt. Wenn die Gasentwicklung nachgelassen hat, erhitzt man stärker, ohne zu glühen, mit der Vorsicht, daß die Masse höchstens bis zur Hälfte der Tiegelhöhe steigen darf, da sie sonst leicht überschäumt. Das Erhitzen wird so lange fortgesetzt, bis sich am Boden des Tiegels keine schwarzen unaufgeschlossenen Teilchen befinden, was in $1\frac{1}{2}$ Stunden sicher der Fall ist. Nach dem Erkalten übergießt man die Schmelze mit kaltem Wasser, weicht sie durch gelindes Erwärmen auf und spült mit heißem Wasser alles ohne Verlust in eine Porzellanschale. Die etwa 150 cm betragende Flüssigkeit wird mit 1 cm konzentrierter Salpetersäure versetzt, unter häufigem Umrühren zum Sieden erhitzt und nach Zugabe von 25 cm konzentrierter Salzsäure, spez. Gew. 1,19, noch einige Minuten gekocht. Nach dem Erkalten filtriert man die rein gelbe Wolframsäure durch ein aschenfreies Schleicher & Schüllsches Filter Nr. 589 von 11 cm Durchmesser unter Anwendung von aschenfreiem Filterschlamm, um dadurch ein trübes Filtrat zu vermeiden. Der Niederschlag wird mit kalter Salzsäure (1 Teil Salzsäure, spez. Gew. 1,19 + 5 Teile Wasser) ausgewaschen. Das bis zum Entweichen von Schwefelsäuredämpfen eingeengte Filtrat verdünnt man nach dem Abkühlen mit etwas kaltem Wasser, fügt unter Rühren tropfenweise starkes Ammoniak hinzu, bis der Geruch von letzterem deutlich auftritt, und das Eisen gefällt ist, säuert mit 10 cm konzentrierter Salzsäure an, verdampft zur Trockene, nimmt mit etwas heißer verdünnter Salzsäure 1:5 auf, kocht, filtriert nach dem Erkalten den so aus dem Filtrat gewonnenen kleinen Rest der Wolframsäure durch ein neues Filter und wäscht mit Salzsäure 1:5. Für genaue Analysen verdampft man das Filtrat, welches noch 2–3 mg WO_3 enthalten kann, wieder zur Trockene und behandelt den Rückstand wie vorhin. Die noch feuchten 2 oder 3 Niederschläge werden im Platintiegel verbrannt, unter Luftzutritt über dem Bunsenbrenner bis zum konstanten Gewicht geglüht, gewogen, mit Flußsäure abgeraucht, geglüht und gewogen. Zur weiteren Reinigung der noch etwas Eisen enthaltenden Wolframsäure schmilzt man sie mit 2–3 g wasserfreier Soda, zieht die Schmelze mit heißem Wasser aus, verbrennt, glüht und wägt das Fe_2O_3 , dessen Gewicht von dem zuletzt erhaltenen abgezogen und multipliziert mit 158,62 gleich % W ist.

Ein nach diesem Verfahren untersuchtes Ferrowolfram ergab in zwei Bestimmungen 78,99 und 79,01%. Eine weitere Probe desselben Materials wurde im Nickeltiegel mit einer Mischung, bestehend aus gleichen Teilen Kaliumnatriumcarbonat und Natrium-superoxyd aufgeschlossen, die erhaltene Wolframatlösung mit Mercurinitrat gefällt und der Niederschlag durch Glühen in Wolframsäure verwandelt. Nach Bestimmung und Abzug von geringen Verunreinigungen derselben ergab sich ein Wolframgehalt von 79,02%, womit die vorstehenden Zahlen recht gut übereinstimmen.

[A. 172.]

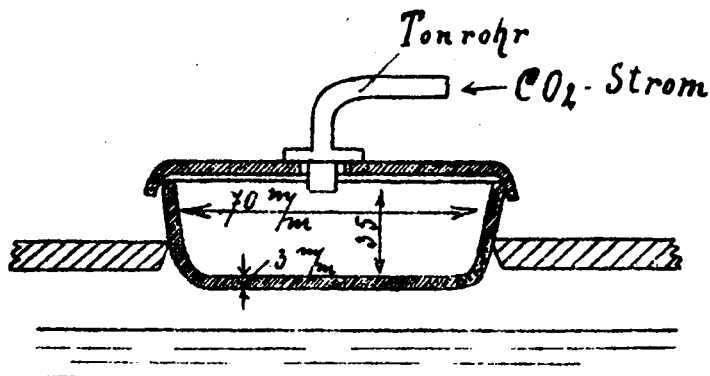
2) *Treadwell*, Analytische Chemie, II, 6. Aufl., S. 255.

Über die Verwendung von Blei als Platinersatz.

Von CARL HÜTTER, Bernburg.

(Eingeg. 9./10. 1919.)

Bei der genauen quantitativen Analyse eines Chromeisensteines wurde ich vor einigen Monaten durch die hohen Preise geeigneter Platingerätschaften gezwungen, mir einen brauchbaren Ersatz zu suchen. Zur Ermittlung der meisten Bestandteile genügten Spezialporzellane (der Muldenbüten) oder Quarz- oder Silbertiegel. Da sich jedoch die Bestimmung des Siliciumgehaltes, sowie der Aluminium-, Natrium- und Kaliummengen nicht in den eben genannten Materialien durchführen ließ, verwandte ich für vorliegenden Zweck eigens hergestellte Bleischalen, und zwar wurde gewöhnliches Weichblei (Walzblei) benutzt, welches praktisch frei von Si, Al, Na und K ist.



Die Abmessungen der Schalen sind aus der nebenstehenden Skizze ersichtlich. Die in den Schalen ausgeführten Aufschlüsse waren sogenannte nasse Methoden auf dem Wasserbade. Oxydationen oder Veränderungen der im Erz vorliegenden Oxydationsstufen wurden durch Einleiten von CO_2 mittels *Roseschem* Tonrohr durch den durchlochten Bleideckel wirksam verhindert. Obechon bei der Verwendung von H_2SO_4 auch wägbare Mengen von $PbSO_4$ gebildet wurden, so ließ sich letzteres jedoch, ohne den weiteren Gang der Analyse zu stören, vorher durch gewichtsanalytische Methoden entfernen. Einem zu frühen Verschleiß der Bleischalen wurde durch genügende Wandstärke von 3 mm Rechnung getragen.

Nach den von mir gemachten Erfahrungen dürften sich daher auch Weichbleigeräte zu gewissen Zwecken der quantitativen Analyse mit gutem Erfolge verwenden lassen. Ich glaube, annehmen zu dürfen, daß meine Erfahrungen in dieser Richtung von einigem Interesse sein werden.

[A. 166.]

Berichtigung

zu dem Aufsatz: „Über die katalytische Reduktion von Fetten mit Palladium“.

Von F. F. NORD, Berlin-Dahlem.

(Eingeg. 22./11. 1919.)

In einer privaten Mitteilung hat mich Herr Dr. W. *Normann* in liebenswürdiger Weise darauf aufmerksam gemacht, daß sich in die geschichtliche Übersicht der vorgenannten Arbeit¹⁾ insofern eine kleine historische Unrichtigkeit oder Unklarheit eingeschlichen hat, als ich das Verfahren des D. R. P. 141 029 der Herforder Maschinenfett- und Ölfabrik, *Leprince & Siveks* in Herford, so dargestellt habe, als ob die Ölsäuredämpfe mit Wasserstoff gemischt über fein verteiltes Nickel geleitet würden, während das eigentliche technische Verfahren darin besteht, daß der Katalysator mit flüssigem Öl gemischt und mit Wasserstoff durchgerührt wird.

Nach der von mir gegebenen Übersicht scheint die Anwendung flüssigen Öls erst später von *Erdmann* oder *Kaysers* erfolgt zu sein, was hiernach nicht zutrifft. Dieser Irrtum ist bei mir dadurch entstanden, daß mir seinerzeit weder das D. R. P. 141 029, noch das von Herrn Dr. *Normann* genommene englische Patent in vollständigem Wortlaut vorlag.

1) Z. f. angew. Chem. 32, 305 [1919].