

Unsere Wagen haben sich (es sind bis jetzt über 20 Stück im Betrieb und Bau) seit etwa $1\frac{1}{2}$ Jahren im störungsfreien Dauerbetrieb vollkommen bewährt und eignen sich ebenso gut für den schwieriger zu behandelnden Steinkohlenstaub, wie sie auch zum Transport und zur Förderung anderer staubförmiger Körper in Aussicht genommen sind. Wir haben deshalb unsere Konstruktion und die Behälterform, soweit sie nicht schon bekannt war, durch verschiedene In- und Auslandsanmeldungen unter Patentschutz gestellt und bereits mit mehreren Spezialfirmen, wie Van der Zypen und Charlier, Lizenzverträge abgeschlossen.

Analytisch-technische Untersuchungen.

Berichte der Fachausschüsse der Eisenhüttenleute.

Kritische Untersuchung der Bestimmung der Kieselsäure in Erzen, Schlacken, Zuschlägen und feuerfesten Baustoffen.

Bericht Nr. 40, von Oberingenieur Dr.-Ing. A. STADELER.

Die Arbeit über die kritische Untersuchung der Bestimmung der Kieselsäure wurde gleichzeitig in 10 verschiedenen Laboratorien durchgeführt. Nur durch planmäßige Gemeinschaftsarbeit ist es möglich, eine Arbeit auf so breiter Grundlage wie die vorliegende aufzubauen und mit Hunderten von Vergleichsanalysen zu belegen.

Folgende Punkte wurden einer eingehenden Prüfung unterzogen:

1. Die Brauchbarkeit der üblichen Arbeitsweisen bei den verschiedenen zu untersuchenden Stoffen.
2. Die Löslichkeit oder Unlöslichkeit der Kieselsäure in Salzsäure und Wasser.
3. Der Einfluß des Arbeitsgefäßes.
4. Das Unlöslichmachen der Kieselsäure, das ist Höhe und Dauer der Erhitzungstemperatur.
5. Der Einfluß von Begleitstoffen auf die Kieselsäurebestimmung.

Zur Durchführung der Untersuchung dienten folgende Leitproben:

	SiO ₂ -Gehalt
Feuerfestes Material (Bergkristall u. Quarzit)	99 %
Feuerfestes Material (Schamottestein)	60 %
Schlacke (basische Martinschlacke)	20 %
Erz (phosphorarmer Roteisenstein)	15 %
Erz (Krivoirog-Erz)	2 %
Zuschlag (Kalkstein)	1 %

Zur Durchführung der grundlegenden Untersuchungen diente das feuerfeste Material mit rund 99 % SiO₂.

Folgende unter A—E näher gekennzeichnete Arbeitsweisen wurden eingehend untersucht.

Arbeitsweise A: 1 g der bis zur Gewichtskonstanz geglühten Probe wird mit 10 ccm Flußsäure (rückstandsfrei) und 0,5 ccm Schwefelsäure (1:5) abgeraucht. Es ist oft notwendig, das Abrauchen zu wiederholen, dazu genügen dann 5 ccm Flußsäure.

Arbeitsweise B: Man löst 0,5 oder 3 g in 10 oder 20 ccm konz. Salzsäure, läßt 2 Std. kochen, dampft ein und erhitzt 1 Std. auf 130°, nimmt mit 5 ccm konz. Salzsäure auf, verdünnt mit 20 ccm heißem Wasser, filtriert durch ein Weißbandfilter und wäscht dreimal abwechselnd mit verdünnter Salzsäure und heißem Wasser aus, dann weiter mit heißem Wasser chlorfrei. Filtrat und Waschwasser werden gesondert eingedampft, die Kieselsäure aus Abscheidung, Filtrat und Waschwasser getrennt gewogen und mit Flußsäure abgeraucht.

Arbeitsweise C: 0,5 oder 3 g werden mit Natriumkaliumcarbonat geschmolzen, die Schmelze in Wasser gelöst, mit Salzsäure angesäuert, eingedampft und weiter behandelt wie unter B angegeben.

Arbeitsweise D: Die Arbeitsweise ist die gleiche wie bei C, nur wird die Kieselsäure aus der Abscheidung sowie aus dem getrennt eingedampften Filtrat und Waschwasser zusammen verascht und abgeraucht.

Arbeitsweise E: 0,5 oder 3 g löst man in 10 oder 20 ccm konz. Salzsäure, dampft ein und filtriert das Unlösliche ab. Letzteres wird nach Arbeitsweise C aufgeschlossen, Filtrat und Waschwasser eingedampft. Die Kieselsäure aus Abscheidung Filtrat und Waschwasser zusammen verascht und abgeraucht.

Die erhaltenen Versuchsergebnisse sind im folgenden kurz wiedergegeben. Für hochprozentige Materialien wie Bergkristall oder Quarzit eignet sich Arbeitsweise B am besten, Arbeitsweise A und C sind auch anwendbar. Schamottesteine werden nach Arbeitsweise D untersucht. Die Kieselsäurebestimmung in Schlacken erfolgt nach Arbeitsweise B. Für die Untersuchung von Erzen und Zuschlägen werden Arbeitsweise B oder E verwandt, je nachdem die Probe ganz oder teilweise in Salzsäure löslich ist. Zum Unlöslichmachen muß der Rückstand nach dem Eindampfen 1 Stunde auf 130° erhitzt werden. Bei höheren oder mittleren Kieselsäuregehalten ist es unbedingt notwendig, Filtrat und Waschwasser einzudampfen und die darin vorhandene Kieselsäure zu bestimmen, bei niederen Gehalten genügt es, die Kieselsäure des Filtrats zu berücksichtigen. Begleitende Bestandteile wie Eisen, Mangan, Barium (als Chlorid und Sulfat) Calcium, Magnesium, Aluminium und Titan beeinflussen die Kieselsäurebestimmung nicht. Die Arbeitsweise, die bei Gegenwart von Fluor einzuschlagen ist, soll Gegenstand einer weiteren Untersuchung sein.

Die gleichzeitige Bestimmung des Schwefels und Kohlenstoffs in Stahl, Roheisen und Ferrolegierungen durch Verbrennung im Sauerstoffstrom.

Bericht Nr. 41. Von Dipl.-Ing. C. HOLTHAUS.

Schnelligkeit und Genauigkeit sind die Anforderungen, die der Chemiker im Eisenhüttenlaboratorium an seine Methoden stellt. Es hat daher nicht an Versuchen gefehlt, die Bestimmung des Schwefels, die jetzt meist durch Lösen der Probe in konzentrierter Salzsäure und Austreiben des gebildeten Schwefelwasserstoffs geschieht, in eine Schnellmethode umzuwandeln. Holthaus wendet, ähnlich wie F. Schmitz¹⁾ und A. Vita²⁾ die Verbrennung im Sauerstoffstrom zur Bestimmung des Schwefels an. Die Verbrennungsgase leitet er durch eine 5 %ige Wasserstoffsuperoxydlösung, die mit 10 ccm $\frac{1}{20}$ n-Natronlauge versetzt ist. Nach erfolgter Oxydation titriert er die überschüssige Lauge mit $\frac{1}{20}$ n-Schwefelsäure unter Zusatz von Metylorange zurück. Die Titerstellung der Lösung erfolgt mit einer Probe von bekanntem Schwefelgehalt. Die Verbrennungsgase müssen in feiner Verteilung in die Absorptionsflüssigkeit gelangen. Ein geeignetes Absorptionsgefäß, das gleichzeitig als Titriergefäß dient, zeigt das Original.

Ein ganz besonderer Vorteil dieser Methode besteht darin, daß sich die Bestimmung des Schwefels mit der des Kohlenstoffs vereinigen läßt. Holthaus wendet dazu das bekannte Verfahren zur Bestimmung von Natriumhydroxyd neben Natriumcarbonat nach Warder an. 1—2 g der Probe werden im Sauerstoffstrom unter Zugabe von Bleisuperoxyd verbrannt, die von Schwefeldioxyd befreiten Abgase in 50 ccm $\frac{1}{2}$ n-Natronlauge geleitet. Die Absorption und Titration erfolgt im gleichen Gefäß wie bei der Schwefelbestimmung. Nach der Absorption der Schwefelsäure wird der Hauptüberschuß der Lauge durch Zugabe von 10 ccm $\frac{2}{1}$ n-Salzsäure zurückgenommen und nun mit $\frac{1}{2}$ n-Salzsäure titriert. Dadurch ist es möglich, eine 10 ccm fassende Bürette, welche die Ablesung von $\frac{1}{200}$ ccm gestattet, zu verwenden. Auch hier erfolgt die Titerstellung mit einem Normalstahl. Bei der gleichzeitigen Bestimmung von Kohlenstoff und Schwefel verwendet er an Stelle der 0,5 %igen Wasserstoffsuperoxydlösung, die Kohlensäure absorbiert, eine 2 %ige, auch erfolgt in diesem Fall die Zugabe der Lauge nach der Oxydation des Schwefeldioxyds. Zur Durchführung von Reihenanalysen hat Holthaus einen geeigneten Apparat gebaut. Die nach diesem Verfahren gefundenen Werte stimmen mit den gewichtsanalytisch bestimmten sehr gut überein.

¹⁾ Stahl u. Eisen 39 (1919), S. 412.

²⁾ Stahl u. Eisen 40 (1920), S. 933/5.