

von 1% NH₃ gehoben und verflacht, durch Zusatz der genannten Salze aber steiler. Auch der Harzleim im Papierholländer wirkt auf den Talkfüllstoff etwas vergröbernd ein.

Eine Apparatur für visuelle Leitfähigkeitstitration.

Von Dr. OTTO PFUNDT.

Vortrag, gehalten auf der Achema V, Essen 1927.

Im folgenden sei kurz Konstruktion und Arbeitsweise einer neuen Einrichtung für visuelle Leitfähigkeitstitration erläutert, die von der Firma Gebr. Ruhstrat in Göttingen hergestellt wird.

Bisher wurde für Leitfähigkeitstitrationen meist die gewöhnliche, für Widerstandsmessungen gebräuchliche Brückenschaltung benutzt, bei der mittels eines Telefons auf das Stromminimum eingestellt wird. Zu der in ein Leitfähigkeitsgefäß eingefüllten Lösung wird bei der Titration in bestimmten Anteilen aus einer Bürette Reagenslösung hinzugegeben, und nach jedem Reagenszusatz das Minimum aufgesucht. Ist das Leitfähigkeitsgefäß mit dem linken Meßdrahtende verbunden, so ist die Leitfähigkeit der Lösung dem Quotienten rechter Meßdrahtabschnitt proportional, und diese linker Meßdrahtabschnitt Werte werden als Funktion der zugesetzten Reagensmenge in ein Diagramm eingetragen. In den zur Leitfähigkeitstitration geeigneten Fällen erhält man gerade Linien, die sich im Äquivalenzpunkt schneiden. Der Äquivalenzpunkt wird also graphisch gefunden, ohne daß man ihn während einer Titration selbst faßt, und zwar als Schnittpunkt zweier Geraden, von denen die eine durch die chemische Reaktion, die andere durch überschüssig zugefügtes Reagens entsteht.

Das Arbeiten mit Telefon erfordert einen ruhigen Raum; außerdem ist die Methode etwas unbequem, weil selbst bei einem in Leitfähigkeitswerte geteilten Meßdraht Unrechnungen für eine geeignete graphische Darstellung erforderlich werden können.

Diese Nachteile werden durch die visuelle Methode vermieden. Bei dieser ist das Telefon durch ein Thermokreuz ersetzt, an das ein Millivoltmeter angeschlossen ist. Um Störungen durch Polarisation zu vermeiden, ist das Thermokreuz jedoch nicht direkt in die Meßleitung gelegt, sondern durch einen kleinen Transformator induktiv mit dieser verbunden. Wegen der geringen Empfindlichkeit der Thermokreuze am Minimum ist es in dieser Anordnung nicht möglich, dieses selbst genau einzustellen; das ist aber gar nicht erforderlich. Zwar könnte man es eingebeln, indem man zwei Punkte gleichen Ausschlages rechts und links von ihm bestimmt. Das geht recht genau, erfordert aber mehr Zeit. Auf folgende Weise ergibt sich nun eine bequeme und schnelle Methode der Titration: Man läßt den Schleifkontakt der Brücke während der ganzen Titration auf einem geeigneten Punkte stehen und verwendet die Ausschläge des Millivoltmeters für die Titrationskurve. Das Thermokreuz gibt Spannungen, die mit dem Quadrat der Wechselstromstärke wachsen; bei der praktischen Ausführung einer Titration mit der Thermokreuzgleichrichtung zeigt sich, daß man im Diagramm gerade Linien erhält, wenn man die Wurzeln aus den nach jedem Reagenszusatz gemessenen Thermospannungen in Abhängigkeit von der Reagensmenge aufträgt. Man wird also eine proportional der Wurzel aus der Spannung geteilte Skala verwenden; dann braucht man nur den abgelesenen Wert einzutragen. Die Titration geht dadurch sehr schnell und bequem vor sich. Als Meßinstrumente sind

Bei solchen und ähnlichen dispersiologischen Studien wird der Apparat überall gute Dienste leisten, wo Korngrößen in Wissenschaft und Technik von Bedeutung sind.

vorläufig noch Spiegelgalvanometer am universellsten und am bequemsten zu verwenden, doch wird ein geeignetes Zeigerinstrument ausgearbeitet. Bis jetzt sind mit Zeigerinstrument nur solche Titrationen auszuführen, bei denen die Änderung der Leitfähigkeit groß genug ist. Ein Spiegelgalvanometer mit Lichtzeigerablese kommt natürlich nur für feste Einrichtungen in Frage.

Nach Erläuterung des Arbeitsprinzips sei im folgenden die technische Einrichtung der Apparatur beschrieben. Fast alle Teile sind übersichtlich in einem Kasten zusammengestellt, und die Bedienung geschieht durch einige Drehknöpfe und Schalter. Der Kasten enthält: Meßbrücke, Meßtransformator, Thermokreuz; zur Regulierung der Empfindlichkeit ist in die Leitung zum Thermokreuz ein kleiner Widerstand eingebaut; ferner ist ein Umschalter vorgesehen, der es gestattet, gegebenenfalls zu Telefonmessungen überzugehen; die Vergleichswiderstände sind ebenfalls eingebaut und können durch einen Stufenschalter gewählt werden; durch denselben Schalter kann die Leitung zu den Vergleichswiderständen auch ganz unterbrochen werden. Der Meßdraht ist dann einfach als Potentiometer geschaltet. Diese Anordnung ist weniger empfindlich als die Brückenschaltung, aber in einer ganzen Reihe von Fällen verwendbar. Das Leitfähigkeitsgefäß wird an ein Kleimmenpaar angeschlossen, das Millivoltmeter desgleichen. Außer den genannten Teilen enthält der Kasten noch Primär- und Sekundärspule des Induktors, der den Wechselstrom liefert; der Unterbrecher dagegen wird außen angeschaltet. Von seinem gleichmäßigen Arbeiten hängt das Gelingen der Analysen ab; man muß also dafür sorgen, daß er stets gut eingestellt ist und daß die Kontakte sauber sind. Der Kasten trägt außerdem noch ein Ampèremeter, einen kleinen Regulierwiderstand sowie einen Ausschalter für den Primärstrom.

Als Leitfähigkeitsgefäß eignen sich zumeist solche mit kleiner Widerstandskapazität; zweckmäßig wird man sich zwei bis drei verschiedene Größen bereitzustellen, deren Widerstandskapazität zwischen 0,1 und 1 liegt. Das Ausfließen von Quecksilber aus den Rohransätzen, die zur Verbindung mit der Apparatur dienen, vermeidet man durch Anbringen von Verengungen in diesen Röhren.

Vor einer Titration muß der Brückenkontakt auf einen geeigneten Skalenteil eingestellt werden. Der Kontakt muß dabei so stehen, daß alle während der Titration auftretenden Minima auf einer Seite des Kontaktes liegen. In erster Linie eignet sich die Apparatur für die Ausführung von Serienbestimmungen, bei denen der Brückenkontakt immer stehen bleiben kann. — Die Leitfähigkeitstitration wird man natürlich nur dann anwenden, wenn man mit Indikatoren oder anderen geeigneten Methoden nicht oder nur mit größerem Zeitaufwand zum Ziele kommt. Ein Vorteil des Verfahrens ist, daß man in allen Fällen ein Bild des ganzen Reaktionsverlaufes in Gestalt der Titrationskurve erhält. Dadurch ist es nicht selten möglich, durch eine einzige Titration zwei oder drei Stoffe

gleichzeitig zu bestimmen; nämlich dann, wenn die in Frage kommenden Ionen mit ein und demselben Reagenz praktisch nacheinander reagieren. Das ist z. B. der Fall bei der Titration von starken und schwachen Säuren nebeneinander, z. B. Schwefelsäure und Essigsäure. Ferner nenne ich als Beispiel die Titration eines Ammonsulfat-Phosphat-Düngers, bei dessen Titration sich eine Kurve mit drei Knicken ergab. Der erste Abschnitt entsprach der in der Lösung enthaltenen freien Säure, der zweite dem Übergang von primärem in sekundäres Phosphat, d. h. also der Phosphorsäure, der dritte wurde verursacht durch die Verdrängung des Ammoniaks durch die Natronlauge. Dabei ist nur eine kleine Korrektur (0,3%) für gelöstes Calcium anzubringen. Ammonsalze allein lassen sich natürlich auch durch Lauge konduktometrisch titrieren. Weiter ist es möglich, Kalisalze bei 0° mit einer konzentrierten Natriumperchloratlösung zu

titrieren, ohne daß dabei die üblichen Beimengungen, selbst wenn sie in reichlicher Menge vorhanden sind, stören. Über diese Bestimmungsmethode des Kaliums wird zurzeit noch gearbeitet¹⁾. Zu Forschungszwecken ist die Apparatur bei der Titration von Phenolgruppen in Pflanzenfarbstoffen mit gutem Erfolg benutzt worden. Zugleich ist das ein Beispiel für die Anwendung bei getrübten oder gefärbten Lösungen überhaupt, wo man mit Indikatoren vielfach auch dann nichts mehr erreichen kann, wenn für die betreffende Reaktion solche existieren. Im Übrigen sei auf das kleine Buch von I. M. Kolthof²⁾ verwiesen³⁾.

Göttingen, den 26. Mai 1927.

¹⁾ Inzwischen erschienen in Ztschr. analyt. Chem. 71, 417 [1927].

²⁾ Konduktometrische Titration, Steinkopf, Dresden 1923.

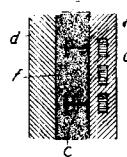
³⁾ Vgl. Ztschr. anorgan. allg. Chem. 153, 219 [1926]; ferner Ztschr. angew. Chem. 39, 856 u. 1557.

Patentberichte über chemisch-technische Apparate.

I. Wärme- und Kraftwirtschaft.

4. Öfen, Feuerung, Heizung.

Karl Brunöhler, Berlin. Wärmeschutz für Öfen, insbesondere Gaserzeugungsöfen, bei denen der feuerfeste Ofenkörper unter Belassung eines Isolierraumes von einem Mantel umgeben ist, dad. gek., daß die Verankerung (c) des feuerfesten Ofenkörpers (a) im Isolierraum (e) im Abstand von dem für sich verankerten Mantel (d) angeordnet ist. — Der Zwischenraum e ist vorteilhaft mit einer Wärmeschutzmasse f, z. B. lose geschütteter Kieselgur, ausgefüllt. Dabei können sich die Doppel-T-Eisen c in der lose geschütteten Kieselgur f ungehindert ausdehnen, weil sie die Ummantelung d nicht unmittelbar berühren. Bei dieser Errichtungs- und Verankerungsart des Ofenkörpers und des Mantels bleibt der Mantel von der Wärmeausdehnung des Ofenkörpers unberührt. (D. R. P. 451 653, Kl. 10 a, Gr. 13, vom 20. 5. 1924, ausg. 24. 10. 1927.) F.



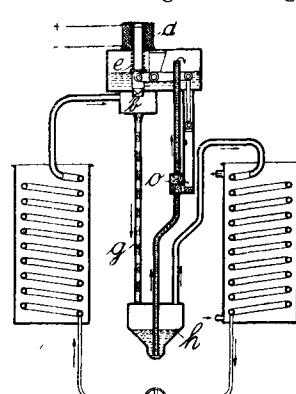
Kältemaschinen, Kühlanlagen.

Wilhelm Petroll, Nordhausen. Kompressions-Klein-Kältemaschine, dad. gek., daß die Verdichtungsarbeit zum Ansaugen und Verdichten des Kältemittels durch das Gewicht und die dadurch erzeugte lebendige Kraft von in einem senkrechten

Rohre herabsinkender Quecksilberkolben geleistet wird, die durch einzelne Tropfen erzeugt werden.

— Durch den Hubmagneten (Solenoid) d, dessen Stromkreis durch eine Vorrichtung regelmäßig geschlossen und unterbrochen wird, und die Spiralfeder e wird der Ventilkopf c dauernd so angelüftet und wieder geschlossen, daß durch die Öffnung b immer gerade ein Quecksilbertropfen hindurchtreten kann. Der Quecksilbertropfen fällt durch den Behälter f in das Fallrohr g hinein und füllt den Querschnitt desselben aus. Wie

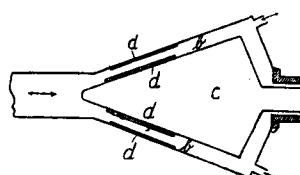
bei den bekannten Quecksilberluftpumpen tritt nun hier ebenfalls durch das Fallen der Quecksilbertropfen in der Verdampferschlange i eine Saugwirkung ein. Die notwendige Verdichtung der Kältegase wird durch eine entsprechende Länge des Fallrohrs g erzielt. Die Pumpe o wird durch eine Hebelübertragung durch den Hubmagneten d mitbetätigt. Die elektromagnetisch betätigten Tropfvorrichtung kann durch einstellbare Düsen ersetzt werden, so daß die Verwendung der Maschine an das Vorhandensein elektrischer Energie nicht gebunden ist. Anstatt einer Quecksilbersäule kann auch eine andere Flüssigkeitssäule von entsprechender Höhe verwendet werden. (D. R. P. 451 287, Kl. 17 a, Gr. 3, vom 7. 4. 1926, ausg. 24. 10. 1927.) F.



II. Apparate.

1. Apparate u. Verfahren der allgemeinen chemischen Technologie.

Dr. Wilhelm Kochmann, Berlin-Charlottenburg. Verfahren und Vorrichtung zur Behandlung von Gasen oder Dämpfen und zur Vornahme von Reaktionen, dad. gek., daß der Reaktionsraum (b) entsprechend den Bedingungen des Reaktionsverlaufes in seinem Querschnitt verändert wird, 2. daß im Innern des Reaktionsraumes ein konischer Mittelkörper (c) beweglich angeordnet ist, 3. daß die äußere Wandung des Reaktionsraumes sowie die Wandung des Mittelkörpers ganz oder teilweise aus einem katalytisch wirksamen Stoff (d) hergestellt oder mit einem solchen überzogen ist, und 4. daß die äußere Wandung des Reaktionsraumes (b) und die Wandung des Mittelkörpers (c) ganz oder teilweise als Heiz- oder Kühlfläche ausgestaltet ist. — Durch Verstellung des konischen Mittelkörpers hat man es in der Hand, den Reaktions-



raum, der im allgemeinen die Form eines Kegelmantels hat, zu verengen oder zu erweitern und damit die Veränderung der Strömungsgeschwindigkeit und der Druckverhältnisse gemäß den jeweiligen Betriebserfordernissen und Schwankungen beliebig zu regulieren. Läßt man die Reaktion in dünner Schicht stattfinden, so erreicht man für alle Gasteilchen eine zuverlässige Berührung mit dem Katalysator und gleichzeitig eine genau begrenzte Reaktionszeit für sämtliche Teile des Reaktionsgemisches. Die vorliegende Erfindung ermöglicht es auch, bei reversiblen Prozessen oder bei Umsetzungen, bei denen die Reaktion bei einem bestimmten Produkt plötzlich unterbrochen werden soll, die Reaktionsgase sehr schnell aus der Reaktionszone zu entfernen. Auch läßt sich die Ausführungsform, bei der ein konischer, beweglicher und kühlbarer Mittelkörper angeordnet ist, zum Kühlen von Gasen auch ohne Reaktion verwenden. (D. R. P. 412 320, Kl. 12 g, Gr. 1, vom 15. 10. 1912, ausg. 11. 10. 1927.) F.

Ewald Schlegel, Dresden. Liegender Verdampfer mit übereinander angeordneten Reihen von Siederohren, aus denen die einzudampfende Flüssigkeit über Vorsatzkappen in die darunterliegenden Rohre überläuft, dad. gek., daß die Rohre wagerecht liegen und nur zum Teil mit Flüssigkeit gefüllt sind. — Der kreisrunde Rohrquerschnitt erlaubt gegenüber dem oft hohen Heizdampf-

druck die Verwendung beliebigen Materials für die Heizfläche, gleichgültig, ob sie aus Flußeisen, Gußeisen, Kupfer, Bronze, Hartblei, Nickel oder Porzellan verlangt wird. Ein besonderer Vorteil dieser Konstruktion liegt auch noch darin, daß die Röhrenheizfläche am leichtesten zu reinigen ist, und zwar werden deswegen stets weite Rohre bevorzugt. (D. R. P. 446 659, Kl. 12 a, Gr. 2, vom 13. 6. 1922, ausg. 6. 7. 1927.) F.

