

Das Bild änderte sich, als von Amerika her eine andere Methode vorgeschlagen wurde, die den Namen „Ring- und Ball-Methode“ führt und darauf beruht, daß man den Pechpfropfen nicht in ein Glasrohr, sondern in einen metallenen Ring einschließt und als belastendes Gewicht nicht Quecksilber, sondern eine Stahlkugel benutzt (Abb. 2). Die Methoden sind also, wie ersichtlich, ähnlich, und der prinzipielle Unterschied zwischen beiden beruht nur darauf, daß in dem einen Fall Quecksilber, in dem anderen Fall eine Stahlkugel zum Belasten der erweichenden Pechschicht genommen wird.

Schon bevor im Jahre 1926 der Alarmruf von Stock erscholl und auch in den letzten beiden Jahren sind vielfach Stimmen laut geworden und Erwägungen angestellt worden, ob es nicht ratsam sei, dem gegenwärtigen Zustand, daß zwei Methoden zur Erweichungspunktsbestimmung im Gebrauch sind, irgendwie ein Ende zu machen. So genau nämlich die beiden Methoden als solche sind, so geben sie doch unter sich verschiedene zahlenmäßige Ergebnisse. Die Erweichungspunkte nach der Ring- und Ball-Methode liegen höher als die nach der Kraemer-Sarnow-Methode, und zwar je nach der Natur und Beschaffenheit des betreffenden Pechs, Bitumens oder Asphalts um etwa 8 bis 17°. Die Bestrebungen nach einer internationalen Vereinheitlichung der Stoffbezeichnungen und der Untersuchungsmethoden sind in starkem Fluß und lassen sich nicht aufhalten. In Paris besteht seit Jahr und Tag eine internationale Kommission, eingesetzt von dem Internationalen Ständigen Verband der Straßenkongresse; diese Kommission arbeitet in erster Linie an dieser Vereinheitlichung. Soweit ich unterrichtet bin, hat sich bei der Besprechung der verschiedenen Methoden zur Erweichungspunktsbestimmung die Mehrheit der Stimmen für die Annahme der Ring- und Ball-Methode erklärt. Als Grund hierfür wurde übrigens unter anderem auch angeführt, daß im Laufe der Jahre, während deren die Kraemer-Sarnow-Methode besteht, so viel an dieser Methode herumgedeutelt, abgeändert, getadelt und verbessert worden sei, daß man an ihrer wirklich einheitlichen Durchführungsform Zweifel hege. Daß dem in der Tat so ist, lehrt die Literatur über die Kraemer-Sarnow-Methode, und ich selbst habe kürzlich<sup>1)</sup> darauf hingewiesen, daß nicht einmal über die grundlegende

Vorschrift bezüglich der Erwärmungsgeschwindigkeit eine einheitliche Meinung besteht. Während die meisten Autoren entsprechend der von Klinger vervollkommenen Vorschrift<sup>2)</sup> eine Erwärmung um 1° je Minute vorschlagen, finden sich in anderen Büchern Angaben, die eine Erwärmung um 2° oder gar um 1 bis 2° in der Minute fordern. Demgegenüber wurde in der Pariser Kommission darauf hingewiesen, daß die Ring- und Ball-Methode eine absolut feststehende und normalisierte Ausführungsform besäße.

Ich neige deshalb zu der Ansicht, daß über kurz oder lang die Ring- und Ball-Methode den Sieg davontragen wird. Man könnte diesen Vorgang sich von allein vollziehen lassen und die Entscheidung, wie in ähnlichen Fällen, der ruhigen Entwicklung anheimstellen, wenn nicht die Untersuchungen von Stock, Fleischmann, Borinski u. a. darauf aufmerksam gemacht hätten, welche verheerenden Wirkungen die Quecksilberdämpfe auf die Volksgesundheit ausüben können. Das Abmessen von 5 g Quecksilber bildet stets eine Gefahr, sei es, daß das Metall auf der Waage abgewogen, aus der Bürette fließen gelassen, in eine Pipette aufgesogen oder mittels eines Hahntrichters abgemessen wird. Ungezählte Laboratorien der Teer- und Asphaltindustrie arbeiten in dieser Weise, und es ist gar nicht zu übersehen, wieviel Schaden mit dieser Methode, namentlich in den Händen von ungeschickten Laboranten oder Arbeitern geschehen kann oder schon geschieht.

Ich schlage deshalb vor, daß sich die für eine solche grundlegende Entscheidung in Frage kommenden Stellen die Frage vorlegen, ob es nicht aus den beiden angeführten Gründen, der internationalen Vereinheitlichung und der Gefährlichkeit des Quecksilberdampfes, an der Zeit ist, die Kraemer-Sarnow-Methode zu verlassen und zu der Ring- und Ballmethode überzugehen. Ich richte diese Anregung an die großen Syndikate der Teerindustrie, an das Staatliche Materialprüfungsamt, an den Verband Deutscher Dachpappenfabrikanten, an die Studiengesellschaft für Automobilstraßenbau, an die Zentralstelle für Asphalt- und Teerforschung, an den Deutschen Verein der Gas- und Wasserfachmänner, an den Verein zur Wahrung der Interessen der Asphaltindustrie in Deutschland und an alle anderen Stellen, die es angeht. [A. 130.]

<sup>1)</sup> Ztschr. angew. Chem. vom 11. 8. 1927, S. 927.

<sup>2)</sup> Chem. Ind. 37, 220 [1914].

## Der elektrische Mikro-Verbrennungs-Ofen von Heraeus

Von Priv.-Doz. Dr.-Ing. et med. BONIFAZ FLASCHENTRÄGER.

Physiologisch-chemisches Institut der Universität Leipzig.

(Eingeg. 10. Mai 1928.)

Thomas Walz<sup>1)</sup> hat 1924 einen aufklappbaren elektrischen Mikro-Verbrennungsofen gebaut. Von der Brauchbarkeit dieses Ofens habe ich mich durch die Freundlichkeit von Herrn Dr. Walz, Jena, überzeugen können. Bevor ich jedoch den Ofen von Walz kennenlernen konnte, hatte ich ebenfalls für die organische Mikroanalyse die Erprobung eines elektrischen Ofens von der Firma Heraeus, Hanau, begonnen<sup>2)</sup>. Das Ergebnis sei hier mitgeteilt.

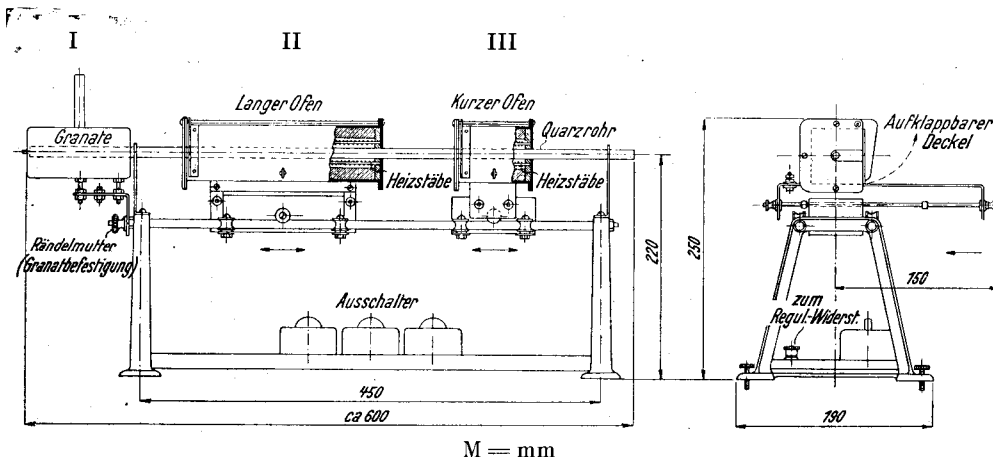
<sup>1)</sup> Ztschr. angew. Chem. 37, 305 [1924]. Chem. Ztrbl. I, 267 [1925], D. R. P. 403 270, Kl. 21 h, vom 17. 12. 1924, ausgegeben 30. 9. 1924.

<sup>2)</sup> Ztschr. angew. Chem. 39, 717 [1926].

Wie aus der Abbildung ersichtlich ist, besteht der Ofen aus drei auf einem Gestell zweckmäßig montierten Heizeinrichtungen mit den dazugehörigen Regulierwiderständen. Der Stromverbrauch beträgt etwa 900 Watt pro Stunde. II. und III. sind die Öfen für die Verbrennung, während I. die Granate darstellt, die auf 180° erhitzt wird. Jeder Ofen kann für sich getrennt eingeschaltet werden. Der kleine 7 cm lange Ofen ist so montiert, daß er in Richtung der Verbrennungsröhre hin und her bewegt werden kann, auch der größere 19 cm lange Ofen ist verschiebbar. Die Vorderseite der Öfen ist zum Aufklappen eingerichtet, damit die Temperatur beobachtet werden kann. Beide Öfen sind auch

nach rückwärts zu verschieben; das Verbrennungsrohr liegt dann vollständig frei.

Die Granate mit Luftkühler und verschiebbarem Bügel ist ein 10 cm langer<sup>3)</sup> Hohlkörper zur Aufnahme der Heizflüssigkeit. Als Bad verwenden wir neuerdings wieder Cymol statt Petroleum. Zur Analyse werden nach Einbringen des vorbereiteten Verbrennungsrohres



die Widerstände ganz herausgenommen und die drei Heizkörper eingeschaltet. In 2–3 Minuten beginnt die Röhre in dem Ofen II zu glühen. Durch Regulierung des Widerstandes auf etwa die Mitte hält man das Rohr auf deutliche Rotglut. Erhitzt man auf Weißglut, so biegen sich auch die ausgezeichneten Supremaxverbrennungsrohre von Schott und Genossen. Hält man aber die Temperatur in normalen Grenzen und dreht man das Rohr von Zeit zu Zeit, so sind obige Röhren lange Zeit brauchbar, und Störungen beim Zurückschieben von Ofen II und III treten nicht auf. Das Anheizen der Granate dauert etwa 10 Minuten. Darauf stellt man den geeigneten Widerstand wieder ein. Das Schiffchen mit Substanz bringt man 2 cm vor das rechte Ende des

langen Ofens II. Ofen III ist dann vom Schiffchen etwa 3–5 cm entfernt. Man heizt diesen sofort zur vollen Rotglut und rückt langsam vor. Sobald der Rand des Heizkörpers das Schiffchen berührt, muß man ganz vorsichtig verfahren. Am Schluß kann man wieder rascher vorwärts rücken. Da bei der Berührung von Ofen II und III eine nicht unmittelbar geheizte Stelle bleibt, schiebt man am Schluß II etwas in Richtung von III. Man kann auf diese Weise die ganze Länge des Rohres gründlich ausglühen.

Zur Bestimmung der Elemente N, S, Cl, Br nimmt man die Granate durch Lösen von zwei Schrauben ab und verbrennt mit Ofen II und III wie sonst mit Gas.

Einige Vorteile des elektrischen Ofens gegenüber der Gasbeheizung sind: Die Temperaturkonstanz der Granate ist leichter zu erreichen und zu halten. Die Verbrennung der Substanzen vollzieht sich gerade für den

Anfänger leichter. Ein Zurückschlagen von Substanzdämpfen tritt weniger leicht ein, da die glühende Schicht des Kurzbrenners länger und gleichmäßiger ist als bei Gasbeheizung. Das Arbeiten ist sauberer. Störungen durch Wärmestrahlung, Wasserdampf- und CO<sub>2</sub>-Bildung fallen weg. Die Temperatur des Verbrennungsraumes bleibt viel leichter konstant, auch wenn mehrere Apparaturen auf kleinem Raum in Betrieb sind. Die Gründe für ein besonderes Wägezimmer fallen damit weg. Das Arbeiten ist weniger anstrengend und auch mit mehr Apparaturen gleichzeitig durchführbar. Das automatische Vorrücken des Kurzbrenners soll versucht werden.

Der Firma Heraeus sei für die liebenswürdige Berücksichtigung unserer Vorschläge bestens gedankt.

[A. 120.]

<sup>3)</sup> Gründe hierfür siehe Ztschr. angew. Chem. 39, 717 [1926].

## Über die Einstellung von Lauge.

Von E. J. Kraus, Bodenbach a. E.

Die Einstellung einer Laugelösung für maßanalytische Zwecke geschieht in der Regel durch eine mit Soda gestellte Säurelösung gleicher Stärke. Es wird hierbei üblicherweise so verfahren, daß z. B. 30 ccm der zu stellenden Laugelösung mit der gestellten Säure titriert werden.

Die Berechnung des Norm.-Faktors der Lauge (Stärke derselben etwa  $n_{10}$ ) geschieht dann, wenn der Norm.-Faktor der Säure = x und der Verbrauch derselben bei der Titration = a ist, wie folgt:

$$\text{Norm.-Faktor} = \frac{a \cdot x}{30}$$

Ein gleiches Verfahren, das sich nur durch die Anwendung der zu titrierenden Kubikzentimeter Säure, die für die benützte Menge Soda bei der Titration derselben gebraucht wurden, unterscheidet, hat den Vorteil, daß hierbei eine Multiplikation<sup>1)</sup> fortbleibt und die Übersicht über die praktischen und rechnerischen Operationen, weil direkt mit der Ursubstanz zusammenhängend, besser ist.

Beispiel:

Stellung der Säure; Stärke etwa  $n_{10}$ .

0,2 g Soda (= 37,74 ccm  $\frac{1}{10}$ -Sodalösung) verbraucht 36,5 ccm Säure.

Stellung der Lauge; Stärke wie oben.

36,5 ccm obiger Säure (= 37,74 ccm  $\frac{1}{10}$ -Säure) verbraucht 38,35 ccm Lauge.

$$\text{Norm.-Faktor} = \frac{37,73}{38,35}$$

<sup>1)</sup> Mit dem Norm.-Faktor = x der gestellten Säure.

## VERSAMMLUNGSBERICHTE

### Tagung der Nordwestdeutschen Chemiedozenten.

Bonn a. Rh., 26. bis 28. April 1928.

An der Tagung nahmen etwa 40 Dozenten der Hochschulen Aachen, Bonn, Braunschweig, Gießen, Göttingen, Hamburg, Hannover, Hann.-Münden, Köln, Münster und Jena sowie der holländischen Hochschulen Amsterdam, Delft, Groningen, Rotterdam und Utrecht teil. Ferner waren verschiedene Herren der deutschen und holländischen chemischen Industrie zugegen. Es wurden 21 Vorträge gehalten, davon 7 von holländischen Kollegen. Den Vorsitz führten A. Windaus, F. M. Jaeger, R. Schöck und L. Ruzicka.

W. Klemm, Hannover: „Messungen an Samariumdihalogeniden.“ (Nach Versuchen von J. Rockstroh.)

Es wird der Atombau der seltenen Erden besprochen und versucht, das Auftreten vierwertiger und zweiwertiger Verbindungen an Hand des gegebenen Schemas zu erläutern. Die auf Grund des Atombaus zu erwartenden Eigenschaften finden sich bei den Samariumdihalogeniden durchweg vor. Der Magnetismus entspricht dem des dreiwertigen Europiums. In den sonstigen Moleküleigenschaften zeigt sich eine sehr große Ähnlichkeit mit den Halogeniden des zweiwertigen Strontiums, wie an Hand von Tabellen gezeigt wird. —

E. Wedekind, Hann.-Münden: „Zur Kenntnis substituierter Phenollignine und ihres kryoskopischen Verhaltens.“ (Nach Versuchen von K. Storch und L. Tauber.)

Da ein Einblick in die chemische Natur des Lignins durch die Unlöslichkeit in den gebräuchlichen Lösungsmitteln er-