

färbung, setzt zwei bis drei Kubikzentimeter einer 20%igen Jodkaliumlösung hinzu und mißt den Überschuß der Bromatlösung unter Anwendung von Stärke als Indikator mit Thiosulfatlösung zurück. Im Verlauf der Titration hält man den Erlenmeyer-Kolben möglichst verschlossen, um ein Verdampfen von Brom oder Jod zu vermeiden. Am einfachsten ist die Benutzung einer  $\frac{1}{10}$ -Kaliumbromatbromidlösung. Bei Anwendung von 50 ccm des zu untersuchenden Wassers gibt in diesem Falle die verbrauchte Anzahl Kubikzentimeter direkt die Magnesiahärte an. Zum Zurücktitrieren verwendet man am besten eine  $\frac{1}{100}$ -Thiosulfatlösung.

Nach dieser Analysenvorschrift haben wir einige Lösungen mit bekannter Kalk- und Magnesiahärte nachgeprüft (Tabelle 3). Die Konzentrationen der Lösungen Nr. 1–4 wurden so gewählt, daß sie der normalen Zusammensetzung des Unstrut-, Saale- und Elbewassers entsprachen. Weiter wurde untersucht, ob auch bei Anwesenheit von viel Kalk- und wenig Magnesiumhärte (Nr. 5) und umgekehrt von viel Magnesia- und wenig Kalkhärte (Nr. 6) die Methode einwandfreie Werte liefert.

Tabelle 3.  
Angewandte Flüssigkeitsmenge 50 ccm.

Lösung Nr.	Kalkbestimmung			Kalkhärte		
	Gefunden mg CaO	Gegeben mg CaO	Differenz mg CaO	Gefunden Kalkhärte D. Grade	Gegeben Kalkhärte D. Grade	Differenz Kalkhärte D. Grade
1	21,85	21,75	+ 0,10	43,70	43,50	+ 0,2
2	10,85	10,88	– 0,03	21,70	21,75	– 0,05
3	5,35	5,44	– 0,09	10,70	10,88	– 0,18
4	2,70	2,72	– 0,02	5,40	5,44	– 0,04
5	26,2	26,1	+ 0,1	52,4	52,2	+ 0,2
6	2,55	2,61	– 0,06	5,1	5,22	– 0,12

Lösung Nr.	Magnesiumbestimmung			Magnesiahärte		
	Gefunden mg Mg	Gegeben mg Mg	Differenz mg Mg	Gefunden Mg-Härte D. Grade	Gegeben Mg-Härte D. Grade	Differenz Mg-Härte D. Grade
1	3,08	2,99	+ 0,09	14,20	13,80	+ 0,40
2	1,53	1,50	+ 0,03	7,05	6,90	+ 0,15
3	0,78	0,75	+ 0,03	3,58	3,45	+ 0,13
4	0,38	0,37	+ 0,01	1,75	1,72	+ 0,03
5	1,18	1,20	– 0,02	5,47	5,52	– 0,05
6	11,90	11,97	– 0,07	54,82	55,17	– 0,35

Die Zahlen der Tabelle 3 zeigen, daß unter allen von uns berücksichtigten Verhältnissen stets gut brauchbare Resultate erzielt wurden. Bei der Umrechnung der gefundenen Magnesiumwerte auf Härte ist zu bedenken, daß eine ganz geringe Differenz vom theoretischen Wert durch die Multiplikation mit dem Faktor 4,61 bedeutend anwächst. Die Magnesiahärte kann jedoch nach dieser Schnellmethode mit einer Genauigkeit erfaßt werden, wie sie wohl kaum auf andere Weise in derselben Zeit erreicht wird. Wir haben bei unseren Arbeiten durchschnittlich in einer und einer halben Stunde sechs Kalk- und sechs Magnesiahärten zusammen bestimmen können. Bei längerer Übung wird man diese Zahl gut auf das Doppelte steigern können. Durch Addition der beiden Härten läßt sich die Gesamthärte errechnen, die auf diesem Wege schnell und sehr genau bestimmt wird.

#### Erforderliche Lösungen.

##### 1. Zur Bestimmung der Kalkhärte:

- 20%ige Kaliumoxalatlösung.
- Schwefelsäure 1+3 zum Lösen des Calciumoxalalniederschlags. 1 Vol. konzentrierte Schwefelsäure + 3 Vol. Wasser.
- $\frac{1}{20}$ -Kaliumpermanganatlösung, 1 ccm = 1 mg CaO, hergestellt aus  $\frac{1}{10}$ -Kaliumpermanganatlösung durch Verdünnen und eingestellt gegen eine  $\frac{1}{10}$ -Natriumoxalatlösung (10 ccm  $\frac{1}{10}$  Natriumoxalat = 28,04 ccm  $\frac{1}{20}$ -Kaliumpermanganatlösung).

##### 2. Zur Bestimmung der Magnesiahärte:

- 2%ige alkoholische o-Oxychinolinlösung.
- Ammoniak-Ammoniumchlorid-Lösung, hergestellt durch Lösen von etwa 25 g Ammoniumchlorid in 100 ccm 25%igem Ammoniak.
- 8–10%ige Salzsäure.
- 1%ige wäßrige Indigokarminlösung.
- $\frac{1}{10}$ -Bromatbromidlösung, hergestellt durch Lösen von 1,986 g reinstem, bei 110° getrocknetem Kaliumbromat, sowie 42,45 g Kaliumbromid in destilliertem Wasser auf 1 Liter.
- $\frac{1}{100}$ -Natriumthiosulfatlösung, hergestellt aus  $\frac{1}{10}$ -Thiosulfatlösung durch Verdünnen und eingestellt gegen  $\frac{1}{10}$ -Bromatbromidlösung. [A. 165.]

## Über die Bestimmung der Reibungsempfindlichkeit von Zündstoffen.

Von Dr.-Ing. H. RATHSBURG, Fürth i. B.

(Chemisches Laboratorium der Rheinisch-Westfälischen Sprengstoff-A.-G., Nürnberg.

(Eingeg. 15. August 1928.)

Zur zahlenmäßigen Festlegung der Reibungsempfindlichkeit von Zündstoffen und Zündsätzen ist bis heute noch keine verlässliche Methode bekannt geworden. Die entsprechende Prüfung von Sprengstoffen, wie z. B. Knallquecksilber, geschah bisher durch Reiben im Porzellanmörser, ist aber zu individuell und läßt keinen zahlenmäßigen Anhalt für die Empfindlichkeit der geprüften Stoffe gegenüber Reibung erkennen. Die von R. Förg\*) angegebene Methode der Ermittlung von Reibungsempfindlichkeiten auf Grund der Schlagempfindlichkeiten von Gemischen mit 10% Quarzpulver im Fallhammer ist nur als Kompromiß anzusehen, wie er selbst sagt.

Der Verfasser hat sich nun bemüht, eine Methode zu schaffen, welche das zahlenmäßige Festhalten der Reibungsempfindlichkeiten gestattet, ohne daß der zu prüfende Zündstoff infolge zu großer Oberfläche ver-

schmiert wird, wie es mehr oder weniger im Porzellanmörser oder auch zwischen Metallplatten der Fall ist. Man verwendet hierzu den sogenannten Kastschen Stempelapparat (für Fallhammerzwecke), dessen oberer Stempel unter veränderlicher Belastung, am besten mit Bleigewichten, mechanisch rotierend bewegt wird. Eine gleichzeitige Rotation des unteren Stempels in entgegengesetzter Richtung bringt keinen weiteren Vorteil mit sich als eine Verringerung der jeweiligen Belastung. Ein nach diesem Prinzip eingerichteter Prüfapparat kann in verschiedener Weise technisch ausgeführt werden, z. B. kann der obere Stempel mit Schneckenradübertragung versehen und mit dieser ein Motor direkt gekuppelt werden. Der untere Stempel kann größere Fläche besitzen und wird am besten so geordnet, daß er mittels Schraubenübertragung vorsichtig anhebbar ist. Ein Tourenzähler vervollständigt vorteilhaft die beschriebene Einrichtung.

\*) Mitt. üb. Gegenst. des Art. u. Gen.-Wesens 47, 331 [1916].

Es braucht nicht erwähnt zu werden, daß der untere Stempel an sich die Gestalt eines einfachen Tisches haben kann. Der universellen Verwendungsfähigkeit halber, z. B. für gleichzeitige Rotation, Auswechselbarkeit usw., wird er vorteilhaft als Zylinder mit größerer Grundfläche ausgebildet. Die Stempel als solche können aus verschiedenem Material bestehen, z. B. Stahl oder Porzellan. Im letzteren Fall hat man nichts anderes als eine mechanisierte Reibmörserprobe vor sich. Stempel aus hartem und sprödem Material, wie Achat, bewährten sich nicht; sie gingen bei der Detonation der Zündstoffe zu Bruch. Die Verwendung von gehärteten Stahlstempeln erfordert jederzeit die Zumischung von Friktionsmitteln, und zwar wurde hier Quarzsand von Merck, Darmstadt, von der Körnung  $<3000>4000$  Maschen/cm<sup>2</sup>, gegläht und gewaschen verwendet.

Die Anwendung von Porzellanstempeln hat allerdings den Nachteil, daß diese nach wenigen Versuchen immer wieder durch Abschleifen auf einer Schmirgelscheibe bis zu derselben Körnung aufgeraut werden müssen, da sie sich durch den Gebrauch glattschleifen; man hat aber dabei den großen Vorteil, daß Zündsätze, d. h. Mischungen von Zündstoffen wie Knallquecksilber u. dgl. mit Schwefelantimon, Kaliumchlorat, Bariumnitrat usw., unmittelbar ohne jedweden Zumischkörper geprüft werden können. Hochbrisante Körper, wie Schwermetallazide, methylazaurilsaures Blei u. a., zerstören infolge ihrer enormen Durchschlagskraft die Porzellanstempel; für Knallquecksilber, welches in kleinen Mengen wenig brisant ist, sind sie jedoch gut zu brauchen.

In den Abb. 1 und 2 ist eine derartige Einrichtung wiedergegeben; die eingespannten weißen Porzellan-

Die Prüfung selbst erfolgt derart, daß gleiche Volumina der Zündstoffe mit einem kleinen Löffel auf die Mitte des unteren Stempels gebracht werden, worauf dieser mittels Handrad an den bereits belasteten oberen Stempel angehoben wird, so daß die Belastung wirksam wird. Nunmehr wird der obere Stempel durch einen Motor ( $n = 80$  pro min) in Rotation versetzt, bis 20 Um-

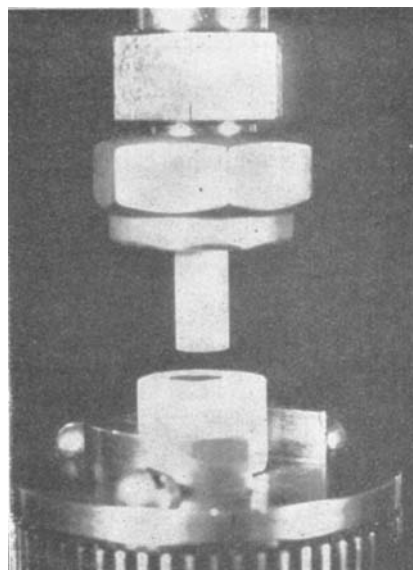


Abb. 2.

drehungen ausgeführt sind. Detoniert die zu prüfende Substanz bis dahin noch nicht, so wird die Belastung verstärkt.

## Reibungsempfindlichkeit von Zündstoffen u. dgl.

Nr.	Substanz	Por-	Stahl-	Fall-	Bemer-
		zellan-	Stempel		
		Belastung in kg/cm <sup>100</sup> g			
1	Mercur-azid . . . . .	2	0	3	—
2	Methyl-azaurilsaures Blei <sup>1)</sup>	3—4	1 2	5	52,6 % Pb
3	Azo-tetrazol-blei . . . . . <sup>2)</sup>	12—13	3—4	7	
4	Knallquecksilber techn. .	15	12—13	12	—
5	Diacetato-di-plumbo-				
	bromat . . . . . <sup>3)</sup>	15	—	—	—
6	Blei-trinitro-phloro-				
	glucinat . . . . . <sup>4)</sup>	20	15	10	54,5 % Pb
7	Quecksilberoxycyanid . . <sup>5)</sup>	20	—	—	78,9 % Hg
8	m-Dinitro-o-dinitroso-				
	benzol-kalium . . . . . <sup>6)</sup>	22—23	20	20	—
9	Blei-hexanitro-diresor-				
	cinat . . . . . <sup>7)</sup>	22—23	22—23	20	38,8 % Pb
10	Guanyl-nitros-amino-				
	guanyl-tetrazen . . . . . <sup>8)</sup>	22—23	22—23	10	—
11	Blei-methylen-diiso-				
	nitramat . . . . . <sup>9)</sup>	22—23	22—23	25	—

<sup>1)</sup> D. R. P. 447 459. <sup>2)</sup> D. R. P. 370 574; Engl. Pat. 185 555.

<sup>3)</sup> Weinland u. Paul, Ztschr. anorgan. allg. Chem. **129**, 243 [1923]. Chem.-Ztg. **1925**, 510. Günzel u. Marcus, Ztschr. angew. Chem. **38**, 929 [1925]. Jahresber. C. T. R. **4**, 71 [1924/25]. Victor, Ztschr. angew. Chem. **40**, 841 [1927]. Chem.-Ztg. **1927**, 503. Eibel, Ztschr. ges. Schieß- u. Sprengstoffwesen **22**, 221 [1927].

<sup>4)</sup> D. R. P. 377 269; Engl. Pat. 190 215.

<sup>5)</sup> Beilstein, 4. Aufl. **2**, 6768 [1920]. Merck, Chem.-Ztg. **1922**, 299. Kast u. Haid, ebenda **1922**, 794; Ztschr. ges. Schieß- u. Sprengstoffwesen **17**, 116 [1922]. Bächler, Schweiz. Apoth.-Zig. **63**, 133; Chem. Ztbl. **1925**, I, 2253. Uht-hoff, Chem. Ztbl. **1926**, II, 873.

<sup>6)</sup> D. R. P. 356 398.

<sup>7)</sup> D. R. P. a. F. 48 211.

<sup>8)</sup> D. R. P. 362 433.

<sup>9)</sup> D. R. P. 424 380.

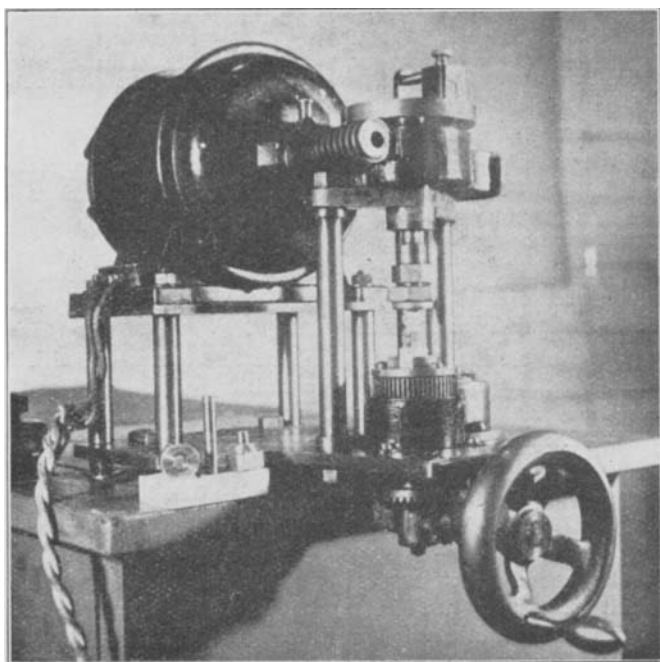


Abb. 1.

stempel sind deutlich sichtbar, ebenso der in der Stempelachse befindliche Teller zum Aufsetzen der Bleigewichte (2,5—25 kg).

Um Zündstoffe u. dgl. mit dieser Vorrichtung zu prüfen, werden sie, wie erwähnt, bei Verwendung von Stahlstempeln zuvor mit 10% Quarzsand vorsichtig gemischt; beim Gebrauch von Porzellanstempeln können die Stoffe, wie gesagt, unvermischt genommen werden.

Auf diese Weise wurden mit vorstehenden und mit anderen, hier nicht aufgeführten Zündstoffen vergleichbare Werte für die Reibungsempfindlichkeit gefunden, welche (seit Anfang 1925) mit den bisherigen praktischen Erfahrungen übereinstimmen. Ähnlich wie bei der Fallhammerprüfung wurde derjenige Belastungswert als Maß für die Reibungsempfindlichkeit gewählt, wobei unter sechs Versuchen einmal Detonation bis 20 Umdrehungen eintrat. In die vorstehende Tabelle haben wir auch Substanzen (Nr. 5 und 7) aufgenommen, welche infolge ihrer Reibungsempfindlichkeit verschiedentlich zu Unglücksfällen Veranlassung gegeben haben.

Die zugehörige graphische Darstellung ergibt folgendes Bild (Abb. 3).

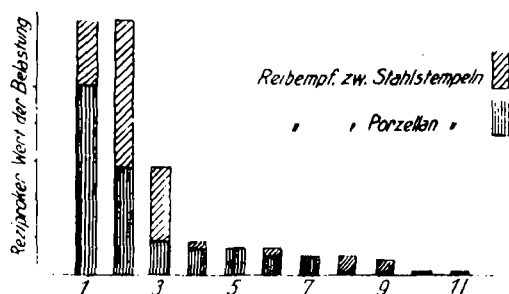


Abb. 3.

Der Vollständigkeit halber soll hier eine Kurve beigefügt werden, welche die Abhängigkeit der Anzahl der

zur Detonation erforderlichen Umdrehungen ( $n$ ) von der jeweiligen Belastung (kg) zeigt, und zwar für Knallquecksilber und Bleitrinitrophloroglucinat (Abb. 4). Selbstverständlich ist Fällungsart und Kristallform ausschlaggebend für die Empfindlichkeit, z. B. wird Knallquecksilber verschiedener Herkunft auch verschiedene Reibungsempfindlichkeit zeigen.

Auch das in der Kurve aufgeführte<sup>10)</sup> ist von anderer Fällungsform als das in der Tabelle angegebene, so daß

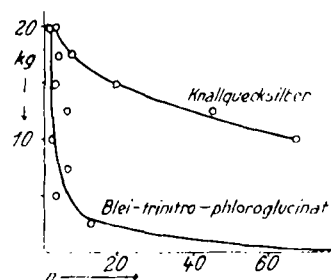


Abb. 4.

die gefundenen Reibungswerte nicht vergleichbar sind. Diese einwandfreie Prüfung mit verschiedener Belastung<sup>11)</sup> der erforderlichen Umdrehungszahl kann für praktische Zwecke durch das obige, auf 20 Umdrehungen abgekürzte Verfahren ersetzt werden.

Die verschiedenen Versuchsreihen wurden von Herrn Anton Scheuerer ausgeführt. [A. 181.]

<sup>10)</sup> Blei-trinitro-phloroglucinat.

<sup>11)</sup> Unter Beobachtung.

## Nachweis von Arsen in Leichenaschen.

Von A. Heiduschka.

Zu der Veröffentlichung von G. Popp<sup>1)</sup> über das gleiche Thema sei folgendes hinzugefügt:

Im Jahre 1914 sind von mir aus dem gleichen Grunde acht Leichenaschen eines Krematoriums einer deutschen Großstadt auf Arsen untersucht worden. Die Resultate wurden von mir schon 1916 veröffentlicht<sup>2)</sup>. In allen Fällen konnte Arsen, zum Teil sogar in erheblichen Mengen, nachgewiesen werden. Unter den Leichen, die alle vorher ärztlich untersucht worden waren und bei denen ein Verdacht einer Arsenvergiftung und einer medikamentösen Behandlung mit Arsen ausgeschlossen war, befanden sich Männer und Frauen verschiedener Altersklassen und Berufsstände. Nach diesen Untersuchungsergebnissen dürfte kaum eine Arsenvergiftung in Leichenasche nachgewiesen werden können, da die Möglichkeiten der Zuführung von Arsen bei einer Leichenverbrennung von außen her nur allzu viele sind.

Erwiderung.

Von G. Popp.

Auf die vorstehende Äußerung von A. Heiduschka zu meiner Veröffentlichung erwidere ich, daß bei der von mir

<sup>1)</sup> Diese Zeitschrift 41, 856 [1928].

<sup>2)</sup> Sitzungsber. d. Physikal.-Medizin. Gesellsch. zu Würzburg, Jahrgang 1916.

genannten Untersuchung der Leichenasche auf Arsen die Verhältnisse des benutzten Krematoriums und seines Brennmaterials durch Vergleichsversuche genauestens festgestellt und berücksichtigt wurden. Ob Heiduschka ebenso verfahren, entzieht sich meiner Kenntnis.

In manchen Krematorien wird der Zutritt der Feuerungsgase in die Muffel nicht verhindert; dann ist allerdings die Anwesenheit von Arsen in der Leichenasche nicht ohne weiteres auf Vergiftung zurückzuführen. Auch kommt es darauf an, daß das verwendete Sargmaterial den Vorschriften entsprochen haben muß, die in den deutschen Ländern heute leider noch sehr voneinander abweichen.

Die Einwendungen von Heiduschka sind an sich berechtigt, treffen aber nicht einen Fall wie den meinigen, bei dem unter allen Vorsichtsmaßregeln gearbeitet wurde, noch überhaupt die Möglichkeit des Nachweises einer stattgehabten Arsenvergiftung in Leichenaschen.

Erwiderung.

Von A. Heiduschka.

Die von mir erhaltenen Resultate wurden nicht an Versuchen gewonnen, sondern an Material der Praxis. Hinzufügen möchte ich noch, daß die Leichen zum Teil in vorschriftsmäßigem Sargmaterial und Kleidung verbrannt wurden, zum Teil nicht. Ein Unterschied auf den Arsenbefund konnte dabei nicht festgestellt werden.

## VEREINE UND VERSAMMLUNGEN

### Jahrestagung der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft.

Am 1. und 2. Dezember 1928 wird in Dresden die Jahrestagung der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft stattfinden. Die Verhandlungen der Mitgliederversammlung

werden am Sonnabend, dem 1. Dezember, geführt. Für Sonntag, den 2. Dezember, ist auf Einladung des Sächsischen Ministeriums für Volksbildung eine öffentliche Kundgebung der Notgemeinschaft im Lichtspielhause Kapitol geplant. Es werden sprechen: Geh. Reg.-Rat Prof. Dr. Planck, Berlin: „Aus der neuen Physik.“ — Prof. Dr. Hübner, Berlin: „Ein Atlas der deutschen Volkskunde.“ — Prof. Dr. Schmauß, München: „Über Weltall und Wetter.“