

an der Vervollkommnung des Systems unterstützen würden. Allerdings hat eine derartige Mitarbeit zur Voraussetzung, daß der nach unserer Methode bestimmte Starrpunkt zugrundegelegt wird. Nicht nur für forschende Laboratoriumsarbeit, sondern auch für die Praxis ist diese Kennzahl von grundlegender Bedeutung. Durch experimentelle Bestimmung der Spanne S—T erhält man die jedem bituminösen Stoff eigene „Kennlinie“ und ist durch diese bildliche Darstellung ohne weiteres in der Lage, sowohl graphisch als auch rechnerisch, das letztere mit Hilfe des „Gesetzes der

Viscosität³⁾“, jede Viscositätskennzahl mit ausreichender Genauigkeit zu ermitteln. Gleichzeitig hat man die Möglichkeit, Viscositätskennzahlen, erhalten aus den verschiedensten Apparaturen und bei beliebigen Temperaturen, untereinander zu vergleichen und in Beziehung zu bringen zu einer vorstellbaren Zahlengröße, dem HM-Grad, der jede einzelne Phase der Erweichung bituminösen Stoffe zu erfassen und auszudrücken vermag. [A. 187.]

³⁾ Metzger, Starrpunkt und Viscosität bituminöser Stoffe. Verlag Wilhelm Knapp, Halle a. d. S. 1929.

Die Zuverlässigkeit der Schwefeldioxydbestimmung nach Reich-Raschig.

Von Dr. H. E. WOISIN, Frankfurt a. M.

(Eingeg. 12. Dezember 1929.)

Die Bestimmung von Schwefeldioxyd in Röstgasen wird im allgemeinen nach der Methode von Reich ausgeführt. Diese Methode besteht im wesentlichen darin, daß man das zu untersuchende Gas durch eine Waschflasche leitet, in welcher sich eine bekannte Menge Jodlösung befindet, die durch einige Tropfen Stärkelösung blau gefärbt wurde. Aus der Menge des Gases, die zur Entfärbung der Lösung nötig war, errechnet sich dann in bekannter Weise der Schwefeldioxydgehalt.

Diese Methode läßt sich leicht und rasch ausführen und erfreut sich daher in der Fabrikpraxis einer großen Beliebtheit. Sie ist für den praktischen Betrieb hinreichend zuverlässig, sofern das zu untersuchende Gas keine störenden Bestandteile, wie z. B. Stickstoffoxyde, enthält. Sind jedoch Stickstoffoxyde zugeben, so wird ein zu niedriger Schwefeldioxydgehalt gefunden, da eine Rückbildung von Jod in mehr oder minder starkem Maß stattfindet, so daß die Entfärbung der Lösung verzögert wird.

Raschig¹⁾ hat zur Beseitigung dieser störenden Reaktion vorgeschlagen, der Jodlösung einen Zusatz von Natriumacetat zu geben, und diese Analysenmethode findet unter dem Namen Reich-Raschig-Methode in der Praxis häufig Anwendung. Es mag sein, daß bei geringen Mengen von Stickstoffoxyden neben viel Schwefeldioxyd der Fehler in tragbaren Grenzen bleibt. Bei den Nitrogehaltem jedoch, wie sie heute bei modernen Kammer- und Intensivbetrieben als normal anzusehen sind, wird der Fehler recht groß. Da in der Literatur die Methode von Reich-Raschig überall empfohlen wird, sollen im folgenden einige Versuche veröffentlicht werden, die zeigen, daß sie nicht in allen Fällen zuverlässige Resultate liefert, und daher ihre Anwendung Vorsicht erfordert.

Die Versuche wurden an einer Schwefelsäurefabrik mit einer täglichen Leistung von 50 t 60er Säure ausgeführt und später an einer anderen Fabrik wiederholt, wobei entsprechende Werte erhalten wurden. Zunächst wurde das schwefeldioxydhaltige Gas vor dem Eintritt in den Gloverturm untersucht. Dieses Gas stammte von vier mechanischen Kiesöfen und war in einer elektrischen Entstaubung vom Flugstaub praktisch befreit. In der Waschflasche befanden sich 10 cm³ $\frac{1}{10}$ -Jodlösung, und die Analyse wurde teils mit, teils ohne Natriumacetat ausgeführt. Bei den verschiedenen unmittelbar hintereinander ausgeführten Analysen wurde die Geschwindigkeit des Gasdurchganges durch die Waschflasche verändert, und die in Tabelle 1 dargestellten Werte erhalten.

Man sieht, daß die Geschwindigkeit der Analyse keinen Einfluß auf das Resultat hat, und daß selbst bei

sehr raschem Durchsaugen des Gases eine genügende Genauigkeit erzielt wird. Auch die Anwesenheit von Natriumacetat hat keinen Einfluß auf die Analyse. Zum Vergleich wurden Gasanalysen nach der vom La-

Tabelle 1.

Zeit m	Volumen % SO ₂ mit Natriumacetat	ohne
$\frac{1}{2}$	8,0	8,0
1	—	8,0
2	—	8,0
5	8,2	8,1
7	8,2	—
9	—	8,0
11	—	7,8

boratorium der Metallgesellschaft, Frankfurt a. M., ausgearbeiteten „Flaschenanalyse“ ausgeführt. Bei dieser Analyse bedient man sich einer Glasflasche von etwa 10 l Inhalt, die oben einen Stöpsel mit zwei mit Glashähnen versehenen Glasrohren enthält. Diese Flasche wird gut getrocknet und auf eine halbe Atmosphäre evakuiert. Durch Öffnen eines der Glashähne wird das zu untersuchende Gas angesaugt. Nach Schließen dieses Hahnes wird durch das zweite Glasrohr eine wässrige Lösung von Wasserstoffsuperoxyd zugesetzt, wodurch die in der Flasche enthaltenen Stickstoffoxyde und die schweflige Säure zu Salpetersäure bzw. Schwefelsäure oxydiert werden, was unter starker Nebelbildung vor sich geht. Nach etwa 2 bis 3 h haben die Nebel sich gesetzt, und die in der Flasche enthaltene Lösung wird in ein Becherglas übergeführt. Durch Titrieren mit einhalbnormaler Natronlauge wird der Gesamtsäuregehalt bestimmt, während durch Fällen mit Bariumchlorid der Schwefelsäuregehalt ermittelt wird. Die Differenz zwischen Titration und Bariumchloridfällung ergibt den Salpetersäuregehalt. Diese Methode arbeitet hinter Bleikammern und Reaktionstürmen hinreichend genau, sie wird jedoch unzuverlässig, sobald das Gas sehr feucht und sehr warm ist, wie z. B. hinter einem Gloverturm. Man findet in diesem Fall zu hohe Werte.

Nach der „Flaschenanalyse“ wurde der Schwefeldioxydgehalt zu 8,2 Vol.-% ermittelt, er stimmt also mit den nach Reich-Raschig gefundenen Werten praktisch überein. Anders wird es jedoch, wenn nitrose Gase zugegen sind. In Tabelle 2 und 3 sind Schwefeldioxydbestimmungen bei verschiedenen Nitrogehaltem ausgeführt.

²⁾ H. E. Woisin, Die Vorgänge bei der Darstellung von Schwefelsäure in mechanischen Mischapparaten und im elektrostatischen Feld, S. 7. Leipzig 1928.

¹⁾ Ztschr. angew. Chem. 22, 1182 [1909].

Diese Versuche zeigen ganz klar, daß durch Natriumacetat der störende Einfluß der nitrosen Gase vermindert werden kann. Es übt jedoch das Natriumacetat eine um so geringere Wirkung aus, je langsamer die

Tabelle 2.

Zeit m	Volumen % SO ₂ mit Natriumacetat	ohne Natriumacetat	Bemerkungen
1	4,6	4,4	Nach „Flaschenanalyse“ etwa 6 Volumen % SO ₂ 0,7 Volumen % N ₂ O ₃
5	4,3	—	
7	4,0	—	
9	—	2,8	
11	2,1	—	

Tabelle 3.

Zeit m	Volumen % SO ₂ mit Natriumacetat	ohne Natriumacetat	Bemerkungen
1/2	2,8	2,5	Nach „Flaschenanalyse“ 3,4 Volumen % SO ₂ 0,7 Volumen % N ₂ O ₃
1 1/2	2,7	2,4	
2	2,2	—	
6	2,3	1,6	
10	2,1	—	
11	—	1,1	

Analyse ausgeführt wird. So wurde z. B. in Tabelle 3 der höchste Wert gefunden, als etwa 400 cm³ Gas in etwa einer halben Minute durch die Waschflasche geführt wurden, was als ungewöhnlich schnell bezeichnet werden muß und einige Übung erfordert, um rechtzeitig den Farbumschlag erkennen zu können. Aber auch dieser höchste Wert liegt noch ganz erheblich unter dem der

Tabelle 4.

Zeit m	Volumen % SO ₂ mit Natriumacetat	ohne Natriumacetat	Bemerkungen
35	0,008	—	Nach „Flaschenanalyse“ 0,09 Volumen % SO ₂ 0,03 Volumen % N ₂ O ₃
95	0,006	—	

Flaschenanalyse. In Tabelle 4 sind die Gase beim Austritt aus dem letzten Gay-Lussac untersucht, und es konnten die gleichen Beobachtungen gemacht werden. Bei diesen Analysen wurde $\frac{1}{100}$ -Jodlösung benutzt.

Um festzustellen, welcher von den gefundenen Schwefeldioxydwerten am richtigsten ist, wurde an einer Stelle des Systems, wo man annähernd genau die tatsächliche Produktion messen konnte, die in 24 h gebildete Schwefelsäure bestimmt, und daraus der Schwefeldioxydgehalt des Gases berechnet. Wie aus Tabelle 5 und 6 hervorgeht, kommen die Zahlen der „Flaschenanalyse“ der Rechnung am nächsten, während selbst der höchste Wert der Reich-Raschig-Analyse erheblich niedriger ist.

Tabelle 5.

	Vol. % SO ₂	Vol. % N ₂ O ₃	Bemerkungen
Errechnet aus Produktion	0,18	—	keine Entfärbung der Jodlösung
„Flaschenanalyse“	0,15	0,9	
Reich-Raschig-Analyse . .	0,01	—	

Tabelle 6.

	Vol. % SO ₂	Vol. % N ₂ O ₃	Bemerkungen
Errechnet aus Produktion	2,2	—	
„Flaschenanalyse“	1,45	0,5	
Reich-Raschig-Analyse . .	0,9	—	

Aus dieser Untersuchung geht hervor, daß Natriumacetat die störende Einwirkung von nitrosen Gasen bei der Schwefeldioxydbestimmung nach Reich-Raschig zum Teil aufhebt. Man findet jedoch stets einen zu niedrigen Wert, und zwar wird der Fehler um so größer, je größer der Gehalt an nitrosen Gasen ist, und je langsamer die Analyse ausgeführt wird. Unter der Voraussetzung, daß die Analyse stets ganz gleich ausgeführt wird, kann man sie in der Fabrikpraxis anwenden, da es sich dort meistens nur um die Feststellung relativer Werte handelt. Mit besonderer Vorsicht sind jedoch alle weiteren Schlußfolgerungen aus den Ergebnissen dieser Analyse, insbesondere die Berechnung der Leistung von Bleikammern, Türmen usw. aufzunehmen. [A. 23.]

VERSAMMLUNGSBERICHTE

Bund angestellter Akademiker technisch-naturwissenschaftlicher Berufe e. V.

Der Bund angestellter Akademiker technisch-naturwissenschaftlicher Berufe e. V. hielt am Sonnabend, dem 22. März 1930, im Reichswirtschaftsrat in Berlin seine 11. ordentliche Sprechertagung ab, zu der aus allen Teilen des Reiches Vertreter erschienen waren. Im Mittelpunkt der Tagesordnung stand ein Referat: „Abbau, ein Schlagwort und seine tiefere Bedeutung“, in dem der Generalsekretär des Bundes, Dr. Milde, einen Einblick gab in die soziologischen Voraussetzungen akademischer Berufsarbeit, die Bedeutung und Wirkung des durch die Rationalisierungsmaßnahmen in der deutschen Wirtschaft bedingten Abbaues für die angestellten technischen Akademiker.

Da es fraglich erscheint, inwieweit bei der finanziellen Lage des Reiches von dieser Seite Durchgreifendes geschehen könne, wird in Vorschlag gebracht, daß seitens der Industrie stillgelegte Laboratorien in verschiedenen Teilen des Reiches den stellungslosen technischen Akademikern zur wissenschaftlichen Weiterarbeit geöffnet und die erforderlichen Rohmaterialien im Stiftungswege oder gegen geringstmögliches Entgelt zur Verfügung gestellt werden. —

Dr. Kretschmar sprach über das Thema: „Die technischen Akademiker und die Führerauslese.“

Wintertagung der Deutschen Landwirtschafts-Gesellschaft.

Berlin, 3. bis 6. Februar 1930.

Versammlung der Freunde der Feldberechnung.

Geh. Reg.-Rat Prof. Dr. Fischer, Berlin-Dahlem: „Technische Fortschritte in der Feldberechnung.“ — Prof. Dr. Frölich, Halle: „Der Einfluß der Feldberechnung auf die Grünlandwirtschaft in Mitteldeutschland.“ — Dr. Lang, Gießen: „Die Berechnungsanlage des Tierzuchtinstituts der Universität Gießen.“ —

Versammlung der Dünger-Abteilung, 4. Februar.

Vorsitzender: Rittergutsbesitzer Schurig, Zeestow.

Geh. Reg.-Rat Prof. Dr. Tacke, Bremen: „Alles und Neues über Stallmistpflege.“

Das auf dem Gebiete der Stallmistpflege in der Praxis bisher Erreichte steht in einem kläglichen Verhältnis zu dem Aufwand an Geist und Arbeit, der hier verwendet worden ist. Allein den Verlust an Stickstoff in dem alljährlich in Deutschland anfallenden Dünger infolge unzweckmäßiger Behandlung kann man auf 400 000 t im Werte von 400 Millionen Mark schätzen. Sieht man von der einfachen Ansammlung der Ausscheidungen ab, so kommt die planmäßige Behandlung und Pflege des Düngers durch mechanische und chemische Maßnahmen in Frage. Die mechanische Behandlung läuft im allgemeinen darauf hinaus, durch Dichte und bessere Lagerung die Ein-