

säure in Taurin durch Bromoxydation nach Friedmann kann eine „physiologische“ Oxydation mit H_2O_2 an die Seite gestellt werden. — Die Oxydation von SH-Verbindungen in alkalischer Lösung mit Luftsauerstoff in Gegenwart von Cu-Spuren führt zu einem tiefgreifenden Abbau. Thioglykolsäure z. B. wird bis zu Oxalat und Thiosulfat abgebaut. So erklärt sich wohl auch das gelegentlich beobachtete Auftreten von Thiosulfat im Harn von Hunden. Vortr. geht dann noch auf die alkalische Spaltung der Disulfide ein, worüber in dieser Zeitschrift kürzlich bereits berichtet wurde¹⁾. —

Chemische Gesellschaft Halle a. d. S.

Sitzung am 11. Juli 1934 im Hörsaal des Chemischen Institutes. Vorsitzender: R. Scholderer.

H. Stamm (nach Versuchen mit W. Hauer): „Titrationen mit alkalischer Permanganatlösung.“

Nach den Untersuchungen anderer Autoren verläuft die Reduktion von Permanganat in alkalischerem Medium in zwei scharf getrennten Stufen, nämlich a) dem Übergang von Permanganat in Manganat und b) dem Abbau des Manganates zu Manganiit. Da a) nicht nur bei der von Holluta²⁾ gemessenen Reduktion durch Formiat, sondern in allen vom Vortr. untersuchten Fällen eine viel höhere Geschwindigkeit hat als b), lassen sich Titrationen mit alkalischer Permanganatlösung erheblich schneller und glatter als nach dem bisher üblichen Verfahren durchführen, wenn man dabei auf die Stufe b) ganz verzichtet. Um die Reduktion des Permanganates genau an der richtigen Stelle, also sobald es in Manganat übergegangen ist, zu unterbrechen, wird der vorgelegten alkalischen Permanganatlösung Bariumnitrat (oder -chlorid) zugesetzt. Das bei der Reduktion entstandene Manganation wird dann als sehr schwer lösliches Bariummanganat gefällt, und zwar so vollständig, daß die überstehende Lösung bei Abwesenheit von Permanganat oder anderen farbigen Substanzen farblos erscheint. Das blaugrüne Bariummanganat setzt sich gut ab, im Gegensatz zum Mangandioxydhydrat, dessen Neigung zur Bildung von Suspensionen bei Titrationen bekanntlich sehr lästig ist. Wenn der größte Teil des vorgelegten Permanganats verbraucht ist, wird die Reaktionsgeschwindigkeit meist sehr klein. Um die Bestimmung trotzdem rasch zu Ende führen zu können, wird eine sehr kleine Menge Co-, Ni-, Cu- oder Ag-Salzlösung in die Vorlage gegeben. Unter intermediärer Bildung von höheren Oxyden (bzw. Peroxyden) beschleunigen diese auch sonst als Sauerstoffüberträger verwendeten Schwermetalle die Reaktion erheblich. Die bei der Titration zugesetzte Alkalimenge kann ziemlich groß sein, und für kurze Zeit kann sogar auf 40 bis 50° erwärmt werden (was aber selten notwendig ist), ohne daß Sauerstoffverluste durch „Selbstzersetzung“ des Permanganates eintreten. Das neue Titrationsverfahren bietet neben anderen Vorteilen den einer außerordentlich großen Zeitsparnis. Während bei der bisher üblichen Form der Titration mit alkalischer Permanganatlösung für die vollständige Oxydation beispielsweise von Hypophosphit, Methanol u. a. eine Wartezeit von 24 h und mehr vorgeschrieben wird, erfordert die „Permanganat-Baryt-Methode“ hierfür nur 1 bis 2 min. —

R. Scholderer (nach Versuchen mit G. Denk): „Über die Spaltung des Hyposulfits.“

Bergbauverein und Verein deutscher Eisenhüttenleute.

16. Vollsitzung des Kokereiausschusses am 8. Dezember 1933
in Essen.

Vorsitzender: Generaldirektor Dr.-Ing. e. h. Pott.

Dr.-Ing. W. Schultes, Essen: „Die Mengenmessung im Kokereibetrieb in Theorie und Praxis⁴⁾.“ —

Dr. Koch, Groß-Ilse: „Nasse Gasreinigung nach dem Thylox-Verfahren.“

Der außerordentlich große Platzbedarf der üblichen Trockenreinigung gab einen Anreiz dazu, dieses Reinigungsverfahren entweder wesentlich zu verbessern oder neuere Reinigungsverfahren zu entwickeln. Nach einer Aufzählung

¹⁾ 47, 412 [1934].

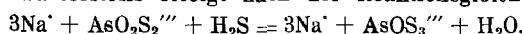
²⁾ Ztschr. physikal. Chem. 102, 32, 276 [1922]; 113, 464 [1924].

³⁾ Vgl. diese Ztschr. 47, 408 [1934].

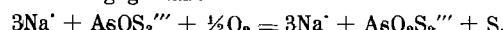
⁴⁾ Vgl. Chem. Fabrik 7, 85 [1934].

der einzelnen Naßreinigungsverfahren bespricht Vortr. die Arbeitsweise und die Betriebserfahrungen mit dem von der amerikanischen Koppers Comp. entwickelten Thyloxverfahren, bei dem der absorbierte Schwefelwasserstoff nach der Regenerierung der Lösung sofort als Reinschwefel in verkaufsfähiger Form erhalten wird.

Als Waschflüssigkeit dient hierbei eine Lösung von Natriumsulfoxyarsenat in Sodalösung. Die Absorption des Schwefelwasserstoffs erfolgt nach der Reaktionsgleichung



die Regenerierung gemäß:



Die optimale Reaktionstemperatur beträgt 35°, dabei erfolgt eine 99,7%ige Auswaschung, so daß bei einer restlosen Schwefelwasserstoffentfernung nur eine kleine Trockenreinigung nachgeschaltet zu werden braucht. Der abgeschiedene Schwefelschaum wird auf einem rotierenden Saugfilter entwässert, darauf eingeschmolzen und als Blockschwefel in den Handel gebracht. Die Ausbeute an Reinschwefel erfolgt zu rd. 85%; infolge der gleichzeitig erfolgenden quantitativen Bindung des Cyanwasserstoffs aus dem Gas werden fernerhin Natriumrhodanid und infolge einer weitergehenden Oxydation des Schwefels Natriumthiosulfat gebildet. Diese Ablauge entspricht in ihrer Giftigkeit etwa der einer 3%igen Chloratlösung und kann daher zur Unkrautvertilgung verwendet werden. Die Reinigung der Ablauge vom Arsengehalt erfolgt durch Ansäuern mit Schwefelsäure unter Gewinnung von Arsenpentasulfid, das daraufhin in frischer Sodalösung aufgelöst wird. Die Reinigungskosten betragen auf der Kokerei der Ilseder Hütte bei einer Belastung der Anlage mit nur 67% 0,68 RM./1000 m³ Gas. Eine Verbilligung des Verfahrens tritt dadurch ein, daß an Stelle der Sodazugabe dem Gas etwa 25 g Ammoniak je 100 m³ belassen werden, worauf die Betriebskosten nur noch 20–30 Pf./1000 m³ Gas betragen sollen. —

Diskussion: Dr. Schneider, Dr. Pott. —

Dr. H. Broche, Essen: „Möglichkeiten zur Leistungssteigerung der trockenen Gasreinigung.“

Während die Schwefelwasserstoffaufnahme durch die Reinigungsmasse verhältnismäßig schnell vorstatten geht, erfolgt die Regeneration der Masse mit dem dem Gas zugefügten Luftsauerstoff sehr langsam, so daß die Geschwindigkeit des Gasdurchgangs durch den Kasten 5–7 mm/s nicht überschreiten soll. Durch Erhöhung der Reaktionstemperatur der Trockenreinigung auf etwa 40–45° läßt sich die Reaktionsgeschwindigkeit jedoch wesentlich erhöhen. Aus diesen Gründen wurde das „kalt-warmer Reinigungsverfahren“ entwickelt. Bei diesem läßt man den ersten Reinigungskasten, der etwa 70–80% des Schwefelgehaltes bindet, bei gewöhnlicher Temperatur arbeiten, während die nachfolgenden Kästen indirekt auf 45° erwärmt werden. Man erreicht damit eine Leistungssteigerung der Reinigungsanlage auf ein Mehrfaches der ursprünglichen, die insbesondere für die Steigerung der Gasabgabe der Kokereien für die Ferngasversorgung von großer Wichtigkeit ist.

Im Anschluß daran gab Vortr. einen Überblick über die bei der Trockenreinigung stattfindenden Nebenreaktionen und wies auf die Bedeutung der Extraktion der Reinigungsmasse unter Gewinnung von Reinschwefel und wiedergebrauchsfähiger Masse hin. —

RUNDSCHEU

Preisausschreiben der Universität Königsberg i. Pr. Für den neuen Preis der Stiftung ehemaliger Studiengesellen der Albertina¹⁾, nach der alljährlich am 20. Juli die besten Arbeiten preisgekrönt werden (300,— RM.), wurde folgendes Thema ausgegeben: „Anwendung der chromatographischen Adsorptionsanalyse auf pharmazeutisch wichtige Stoffe (Experimentalarbeit).“ Der Wettbewerb ist nur Studierenden der Albertus-Universität offen. Die Arbeiten sind bis zum 20. Juni 1935 in Begleitung einer versiegelten Karte mit dem Namen des Verfassers und einem Kennworte, das auch auf die Titelseite der Arbeit und auf den Umschlag der Karte zu schreiben ist, an den Dekan der betreffenden Fakultät einzureichen. (16)

¹⁾ Diesjährige Preisträger diese Ztschr. 47, 556 [1934].