

Zusammenfassung.

Es wurde die photometrische und colorimetrische Kobalt-Bestimmung als Kobaltrhodan-Komplex in aceton-haltiger Lösung für das *Pulfrich*-Photometer und das *Duboscq*-Eintauchcolorimeter beschrieben. Bei niederen Co-Gehalten arbeitet man photometrisch und verwendet bis 1% Co das Filter S 61, bis 5% Co S 57 (HQE-40-Lampe). Höhere Gehalte bestimmt man mit Hilfe einer bekannten Co-Standardlösung, die in den Vergleichsstrahlengang eingeschaltet wird. Es konnte bei Verwendung des Filters Hg 578 und der HQE-40-Lampe beim *Pulfrich*-Photometer, ebenso wie beim Eintauchcolorimeter visuell eine Meßgenauigkeit von 0,3—0,5% einwandfrei erreicht werden.

Die Arbeitsvorschriften wurden dem praktischen Betrieb angepaßt.

Eingeg. 1. April 1943. [A. 12.]

ZUSCHRIFTEN

Bestimmung von SO_2 in Gasen von H_2SO_4 -Turmsystemen.

Bemerkungen zu der Arbeit von Dipl.-Ing. P. M. Müller¹⁾.

Müller lehnt in seiner Arbeit die Formaldehyd-²⁾ und Filtermethode³⁾ mit Überlegungen nur theoretischer Art ab. Vergleichsanlagen werden nicht angegeben. Die Aldehyd-Methode soll im Gegensatz zur SnCl_2 -Methode an allen Stellen von Kammer- und Turmsystemen arbeiten, während M. die SnCl_2 -Methode nur auf kleine SO_2 -Mengen beschränkt, die im hinteren Teil von Turmsystemen auftreten, obwohl der Titel seiner Arbeit etwas anderes verspricht. M. weist nach, daß man Betriebsgasen zugesetzte SO_2 -Mengen quantitativ wiederfinden kann. Der Praktiker jedoch interessiert sich nicht dafür, wieviel SO_2 trotz der im Ansaugrohr erfolgten Oxydation vor der Analysenapparatur noch vorhanden ist, sondern wieviel SO_2 im Gaskanal selbst vorhanden ist. Jede Methode steht und fällt mit der Größe dieses Oxydationsfehlers. Es ist ein Irrtum, anzunehmen, daß dieser Kardinalfehler bei allen Methoden gleich groß ist. Bei der Aldehyd-Methode ist er jedenfalls sehr klein, da diese Methode es erlaubt, die Gase mit einer Geschwindigkeit bis zu 100 l/h abzusaugen und somit die Oxydationszeit im Gasansaugrohr auf zehntel Sekunden herabzusetzen. Besonders groß ist der Fehler bei der SnCl_2 -Methode in all den Fällen, in denen die Gase mit nur 20 l/h oder gar 6 l/h abgesaugt werden müssen. Deshalb ist es für die Brauchbarkeit der SnCl_2 -Methode in der Praxis nicht entscheidend, daß im Modellversuch 100% des zugegebenen SO_2 wiedergefunden werden. Entscheidend ist allein die Summe der gesamten Fehler jeder Methode bei Anwendung auf die Praxis. Ob dieser Gesamtfehler bei der Aldehyd-Methode größer oder kleiner ist als bei der SnCl_2 -Methode, kann nur durch praktische Vergleichsanalysen beider Methoden an sämtlichen Stellen eines Systems entschieden werden.

¹⁾ Diese Ztschr. 54, 537 [1941]. ²⁾ Ebenda 51, 228 [1938]. ³⁾ Ebenda 52, 221 [1939].

VERSAMMLUNGSBERICHTE

Physikalisches Institut der Universität Berlin. Colloquium am 4. Juni 1943.

Steenbeck: Beschleunigung von Elektronen in Wirbelfeldern¹⁾.

Die Beschleunigung von Elektronen nach dem Prinzip des Cyclotrons ist wegen der relativistischen Massenabhängigkeit nicht möglich. Man kann aber auch Elektronen ohne Anwendung hoher Spannungen auf hohe Geschwindigkeiten beschleunigen: Wird ein Elektron um einen sich ändernden Magnetfluß herumgeführt, so wird ihm Energie zugeführt. Eine derartige Anordnung ist vergleichbar einem Transformator mit so viel Sekundärwindungen wie das Elektron Umläufe macht. Dieses Prinzip wurde schon 1922 von Slepian entwickelt. Schwierigkeiten machte nur die Führung der Elektronen auf Kreisbahnen. Ein elektrisches Feld kommt wegen der benötigten Feldstärke nicht in Frage. Ein die Zentrifugalkraft der Elektronen kompensierendes Magnetfeld muß gerade halb so groß sein wie der Mittelwert des Beschleunigungsfeldes. Wideröe entwickelte 1928 auf diesem Prinzip eine Anordnung, bei der das Führungsfeld von demselben Magneten wie das Beschleunigungsfeld erzeugt wurde. Die Polschuhe waren hierbei abgestuft, so daß außen die halbe Feldstärke herrschte wie innen. Die Versuche Wideröes und anderer Autoren verliefen aber negativ, da die Elektronen durch Fehlkomponenten der Anfangsgeschwindigkeit oder Stöße mit Atomen aus der Bahn gerieten. Der Vortr. stellte 1935 eine Stabilisierungsbedingung auf, die in amerikanischen Versuchen seit 1940 zu Erfolgen führte²⁾. Das Führungsfeld muß danach in bestimmter Weise nach außen abnehmen.

¹⁾ Vgl. auch Naturwiss. 31, 234 [1943].

²⁾ D. W. Kerst, Physic. Rev. 60, 47 [1941]; D. W. Kerst u. Serber, im Anschluß an vorst. Arbeit, Rev. sci. Instruments 13, 387 [1942], Amer. J. Physiol. 10, 219 [1942].

Wie bereits in der Aldehyd-Arbeit erwähnt wurde, kann die bei der Bestimmung kleiner SO_2 -Mengen durch Anwesenheit kleiner Mengen CO_2 auftretende Schwierigkeit in der Erkennung des Umschlagpunktes bei der Titration durch Anwendung von Hydroxylaminchlorhydrat und Methylorange umgangen werden.

Dr. H. Lohfert, Brunsbüttelkoog.

Erwiderung.

Auf diesen Schriftsatz sche ich mich veranlaßt, folgendes zu erwidern:

1. Die Übereinstimmung der Aldehyd-Methode mit der Filtermethode, dadurch gekennzeichnet, daß gleiche Durchschnittswerte bei Serienanalysen erhalten werden, ist noch kein voller Beweis für ihre Brauchbarkeit, zumal die Einzelwerte sehr starke Streuung aufweisen.
2. Die Kritik der Formaldehyd-Methode ist nicht spekulativer Natur, wie Lohfert behauptet, sondern beruht auf stöchiometrischen Überlegungen, indem nachgewiesen wird, daß bei den Versuchen mit scheinbar brauchbaren Ergebnissen das Sulfit gegenüber dem Nitrit nicht im Unterschuß, sondern teilweise im Überschuß vorliegt, wodurch natürlich zwangsweise gute Werte erhalten werden müssen.
3. Nicht höchste Werte sind für die Richtigkeit einer Methode ausschlaggebend, sondern die Tatsache, daß genau dosierte und bestimmte SO_2 -Mengen in der in den Gasen vorkommenden Verdünnung neben relativ hohen Stickoxyd-Konzentrationen quantitativ wiedergefunden werden.
4. Bezüglich der Gasgeschwindigkeit ist es jedem Fachmann eine Selbstverständlichkeit, daß nicht l/h, sondern die lineare Gasgeschwindigkeit maßgebend ist. Niedriges l/h-Verhältnis bedeutet nicht notwendigerweise kleine Gasgeschwindigkeit.
5. Bei hohen Stickoxyd-Konzentrationen von 100 g $\text{HNO}_3 \cdot 36^\circ \text{Bé/m}^3$ und darüber sind die nach jeder Methode erhaltenen SO_2 -Werte problematischer Natur, weil sie in hohem Maße abhängen von der Länge der Zuleitung, der linearen Gasgeschwindigkeit und der Oberflächenbeschaffenheit, z. B. ob trocken oder feucht.
6. Nach der Aldehyd-Methode durchgeführte SO_2 -Bestimmungen ergaben, daß der Farbumschlag bei Verwendung der angegebenen Indikatoren sehr undeutlich eintritt und schwer zu erkennen ist, so daß weitere Vergleichsversuche unterblieben. Dies ist ein schwerwiegender Nachteil, wenn man bedenkt, daß es sich um geringe SO_2 -Mengen und große zu titrierende Flüssigkeitsmengen handelt. Außerdem ist der Umrechnungsfaktor hoch, was einen evtl. Fehler noch vergrößert.

Auf jeden Fall ist die SnCl_2 -Methode an Genauigkeit, Einfachheit und Sicherheit der Ergebnisse unüberbietbar; die Filter- und Aldehyd-Methode können nur durch Vergleich mit obiger auf ihre Brauchbarkeit hin geprüft werden.

Dipl.-Ing. P. M. Müller, Chem. Fabrik Curtius A.-G.

Die Polschuhe wurden aus radial angeordneten Dynamoblechen hergestellt und experimentell durch Aufstreichen von Eisenspänen in Lack korrigiert. Die benutzte Frequenz des Magnetisierungsstromes betrug 600 Hz. Die Elektronen werden in der ersten Viertelperiode der Schwingung beschleunigt, in der dritten Viertelperiode ebenfalls, aber anders herum; in der zweiten und vierten Viertelperiode geschieht nichts. Gegen Schluß der Beschleunigungs-Viertelperioden wurde bei der gewählten Anordnung das zentrale Feld gesättigt, während das Führungsfeld noch anstieg. So wurden die Elektronen in dem ringförmigen Entladungsgefäß nach innen geführt, wo sie auf ein Wolfram-Blech streifend auffielen.

Die entstehende Röntgenstrahlung wurde beobachtet. Die Intensität entsprach bei der ersten Anordnung 1 mg Ra bei einer Energie von 2 eMV. Nach neueren Berichten wurden mit einer anderen Apparatur 20 eMV erreicht, mit einer Intensität von 16 r/min in 1 m Abstand. Mit einer im Bau befindlichen Anlage sollen 100 eMV-Elektronen erzeugt werden.

KWI. für Medizinische Forschung, Heidelberg und Chemische Gesellschaft

Colloquium am 10. Juni 1943.

Vorsitzender: K. Freudenberg.

Prof. Dr. O. Th. Schmidt, Heidelberg: Aufklärung der Konstitution und Konfiguration der Digitalose.

Die Konstitution und Teile der Konfiguration der Digitalose sind von H. Kiliani im Sinne der Formel I angegeben worden. Dabei war für die Stellung der Methoxyl-Gruppe am C-Atom 2 maßgebend gewesen, daß Kiliani kein Osazon der Digitalose erhalten hatte. Die Aussagen über die räumliche Anordnung der C-Atome 2 und