

liefern dagegen zu niedrige Arsenwerte, so daß es erforderlich ist, das beim Reduzieren der Probelösung ausfallende Selen abzufiltrieren.

Im Gegensatz zum kolorimetrischen Verfahren wirkt hier Antimon kaum störend, wenn das Arsen durch jodometrische Titration ermittelt wird. Antimonwasserstoff reagiert wohl mit  $\text{HgCl}_2$ , und nach dem Aufkochen erhält man einen weißen Niederschlag, der mit dem Kalomel entfernt wird, so daß das Filtrat nicht mehr mit Jodlösung reagiert. 0,200 mg  $\text{As}_2\text{O}_3$  konnten neben  $\text{Sb}_2\text{O}_3$ -Mengen, die von 0,05 bis 100 mg stiegen, mit einer Genauigkeit von 5% ermittelt werden.

### 3. Bestimmung der Wertigkeit des Arsens.

Im Alkaliaufschluß des Glases findet man das Gesamt-Arsen. Wird eine getrennte Bestimmung des 3- und des 5wertigen Arsens gewünscht, so muß eine zweite Probe mit Fluß- und Schwefelsäure aufgeschlossen werden, wobei bekanntlich das 3wertige Arsen restlos verflüchtigt wird und in der Lösung nur das 5wertige Arsen zurückbleibt, das in gleicher Weise bestimmt wird. Demnach ergibt sich folgendes Arbeitsverfahren:

1. 0,5 bis 1 g Glas werden durch Alkalischemelze aufgeschlossen und das gesamte Arsen ermittelt.

2. 0,5 bis 1 g Glas werden im Platintiegel mit 3 cm<sup>3</sup> Schwefelsäure (1 : 1) sowie 6 bis 8 cm<sup>3</sup> konz. Flußsäure übergossen und bis zum starken Rauchen der Schwefelsäure eingedampft. Der Rückstand wird mit Wasser aufgenommen, mit etwas schwefliger Säure versetzt und anschließend bis zur restlosen Entfernung des überschüssigen  $\text{SO}_2$  gekocht. Die reduzierte Lösung, die etwa 10% freie Säure enthalten soll, wird dann geprüft und hierbei das 5wertige Arsen gefunden.

Die Differenz beider Bestimmungen ergibt das 3wertige Arsen.

Eingehende Prüfungen zeigten, daß selbst 5%  $\text{As}^5$  quantitativ zurückblieben, unabhängig davon, ob nur bis zum Auftreten der Schwefelsäure-Nebel oder gar bis zur Trockne einge-

dampft wurde.  $\text{As}^3$  ist dagegen restlos verflüchtigt.

Wurden 500 mg eines arsenfreien Glases mit bekannten Mengen  $\text{As}^3$  und  $\text{As}^5$  versetzt und geprüft, so erhielt man die in Zahlentafel 2 angeführten Ergebnisse, die die Brauchbarkeit der vorgeschlagenen Arbeitsmethode beweisen.

Tafel 2. Bestimmung von 3- und 5wertigem Arsen im Glas.

Angewandt (mg)		Gefunden (mg)		Fehler (%)	
$\text{As}_2\text{O}_3$	$\text{As}_2\text{O}_5$	$\text{As}_2\text{O}_3$	$\text{As}_2\text{O}_5$	$\text{As}_2\text{O}_3$	$\text{As}_2\text{O}_5$
1,015	0,822	1,010	0,820	- 0,5	- 0,2
0,053	0,035	0,050	0,033	- 6,0	- 5,9
0,075	0,052	0,082	0,048	- 9,3	- 8,0
0,100	0,075	0,095	0,085	- 5,0	+ 13,3
0,052	0,125	0,048	0,130	- 8,0	+ 4,0
0,210	0,210	0,213	0,208	+ 1,5	- 1,0

Bei der Untersuchung zweier technischer Gläser wurden bei Verwendung von 0,5 g Substanz gefunden:

Gesamt-Arsen (As)	$\text{As}_2\text{O}_3$	$\text{As}_2\text{O}_5$
0,131 bis 0,132%	0,079 bis 0,083%	0,110 bis 0,105%
0,029 „ 0,035%	0,008 „ 0,010%	0,033 „ 0,042%

während die mit 5 g Substanz durchgeführte makrochemische Bestimmung (Abscheidung des Arsens als Sulfid) einen Gesamtarsengehalt von 0,126% bzw. 0,033% ergab. Die nach beiden Verfahren gefundenen Werte dürften genau genug übereinstimmen, nur ist nach dem geschilderten Verfahren die Bestimmung in  $\frac{1}{4}$  der Zeit möglich.

### Zusammenfassung.

Zur Bestimmung des Arsens im Glase wird empfohlen, das Arsen in bekannter Weise als Arsenwasserstoff zu verflüchtigen und diesen zu ermitteln.

Sehr kleine Mengen, etwa bis zu 0,025 mg aufwärts, werden kolorimetrisch mit Quecksilberchlorid-Papier erfaßt, während für Mengen zwischen 0,025 und 10 mg die maßanalytische bzw. gravimetrische Bestimmung des durch Arsenwasserstoff in Quecksilberchlorid-Lösung entstehenden Reaktionsproduktes brauchbar ist.

(10 005)

DK 535.375 : 666.265(045)

## Zur Frage der Struktur phosphoreszierender Gläser.

Von Dr. Alfons Schloemer, Aachen.

(Eingegangen 19. Oktober 1935.)

Im vergangenen Jahre erschien in Jena eine Arbeit von D. Dobischek<sup>1)</sup> über lumineszierende Gläser, in der u. a. auch eine Bemerkung über die Phosphoreszenz der untersuchten Gläser enthalten ist, die einer Nachprüfung wert erschien, wenn diese (aus zeitlichen

<sup>1)</sup> Dietrich Dobischek: „Darstellung und Eigenschaften lumineszenzfähiger Gläser, unter besonderer Berücksichtigung von Zinksilikat-Phosphoren“. Dissert. Univ. Berlin, gedruckt zu Jena 1934. (Ref. Glastechn. Ber., 13 (1935), H. 10, S. 370.)

Gründen) leider auch nur sehr oberflächlich sein konnte.

Die in der oben zitierten Dissertation benutzten Gläser

1. ein Kalziumfluorid-Borsäure-Glas,
2. ein Borat-Glas,
3. ein boraxhaltiges Kali-Kalk-Glas,
4. ein Kali-Glas,
5. ein Natron-Glas,
6. ein Zinksilikat-Glas

wurden mit einem kräftig phosphoreszierenden Zinksilikat-Mangan-Phosphor im Verhältnis 1:1 etwa eine halbe Stunde lang durchgeschmolzen und dann schnell abgekühlt. Die Produkte zeigten glasige Struktur und ein mehr oder weniger starkes Nachleuchten unter Kathodenstrahlung, dessen Färbung man im Durchschnitt mit „Orange“ bezeichnen kann.

Die Versuche des oben genannten Verfassers fanden damit eine Bestätigung, nicht aber seine theoretischen Ansichten, da er daran festhält, den gewonnenen Produkten „eine bestimmte kristalline Feinstruktur“ zuschreiben zu müssen. In Anbetracht der glasigen Struktur der Produkte (die übrigens von Dobischek auch erkannt wurde) ist diese Annahme nicht vertretbar, es sei denn, daß man dem glasigen Zu-

stand überhaupt eine kristalline „Fein“-Struktur zuschreiben wollte. Demgegenüber muß aber erneut auf die Versuche zur Erklärung des glasigen Zustandes durch die Solvatationstheorie hingewiesen werden, die eine zwanglose Deutung der Existenz auch glasiger Phosphore bietet, wie ich sie früher bereits verschiedentlich angedeutet habe<sup>2)</sup>.

Es wäre dringend zu wünschen, daß glasige Phosphore einmal einer gleichzeitigen Untersuchung ihres strukturellen Aufbaus und ihrer Lumineszenzeigenschaften unterworfen würden.

(10 044)

<sup>2)</sup> A. Schloemer, J. f. prakt. Chem., N. F., 137 (1933), H. 1—3, S. 40. — Glastechn. Ber., 11 (1933), H. 4, S. 128—129.

DK 620.1 : 666.11 : 778.31 (045)

## Mikroskopie und Mikrophotographie in Glashütten-Laboratorien mit dem „Panphot“.

Von Dr. Hugo Freund, Wetzlar.

(Eingegangen 6. September 1935.)

Nach einer Betrachtung über die Entwicklung der Kamera-Mikroskope im allgemeinen wird das Panphotmikroskop und seine verschiedenen Ausrüstungsmöglichkeiten im Hinblick auf seine Verwendung im Glashüttenlaboratorium beschrieben.

Es bedarf keiner weitschweifigen Erörterungen über die Bedeutung, die heute die Mikroskopie in der Glastechnik inne hat. In zahlreichen Fachzeitschriften, nicht zuletzt in den „Glastechnischen Berichten“, sind laufend Abhandlungen über wissenschaftliche Forschungsergebnisse und über die Bedeutung optischer Kontrollverfahren für die Glastechnik enthalten, so daß aus der Fülle dieses Materials allein schon am besten die Bedeutung der Mikroskopie für diesen Sonderzweig unserer Industrie erhellt.

### Vor- und Nachteile der verschiedenen möglichen Bauweisen.

In Heft 5 des 13. Jahrganges (1935) dieser Zeitschrift gibt Dr. Flügge den Wortlaut seines Vortrages anlässlich der 18. Glastechnischen Tagung in Berlin am 16. 11. v. Jhrs. über „Betriebsgerechte Mikrophotographie im Dienste der Glastechnik“ wieder und unterzieht hierbei das „Metaphot“-Gerät der Firma Emil Busch-Rathenow einer Würdigung. Mit Recht stellt Flügge die Ueberlegenheit der „Kamera-Mikroskop“-Konstruktionen gegenüber den bisher überall in Gebrauch gewesenen Bank-Apparaturen (Anordnung des Mikroskopes, der mikrophotographischen Kamera und der Lampe auf einer „optischen Bank“) fest. Daß eine solche Bauart gewisse Unbequemlichkeiten in sich birgt, weil tatsächlich die Entfernung von der Mattscheibe der Kamera bis zum Mikroskop und zur Lampe infolge der in der Praxis gebräuchlichen langen Balgenauszüge sehr oft recht groß ist, steht außer Zweifel. Hilfsmittel, diesen Uebelständen zu begegnen, sind sowohl von Zeiß wie auch von Leitz für die Apparaturen

dieser beiden Firmen angegeben worden und haben sich erfahrungsgemäß auch bewährt. Das Argument, daß eine aus so vielen Einzelteilen bestehende und auf einer gemeinsamen Schiene aufgebaute Apparatur ständig der Gefahr der Dejustierung und Dezentrierung ausgesetzt sei, hat sein Für und Wider. Erfahrene Mikroskopiker und Mikrophotographen sind Störungen, die hierdurch hervorgerufen werden könnten, gegenüber nicht unbedingt machtlos; wohl trifft es auf weniger geübte Mikrophotographen zu, denen die Einstellung optimal beleuchteter Bilder auf der Mattscheibe der Kamera vielfach Schwierigkeiten bereitet. Mikrophotographische Apparate auf optischer Bank — es sei im Augenblick an die Metallmikroskop-Konstruktionen der Firmen Zeiß, Leitz und Reichert gedacht — müßten also, danach zu urteilen, unzureichende Einrichtungen sein; das kann aber wohl kaum zutreffen, wenn man bedenkt, welche Forschungsarbeiten mit den Metallmikroskopen der drei genannten Firmen im Verlauf der letzten Jahrzehnte geleistet worden sind.

Die Bestrebungen der Firma Busch, einen neuen Weg im Bau mikrophotographischer Geräte mit dem Ziel einer Konzentration der Gesamt-Apparatur auf einen denkbar geringen Raumbedarf zu beschreiten, waren daher nur zu begrüßen. Doch darf nicht der Anteil der Firmen W. & H. Seibert bzw. Leitz an diesem Gedanken verkannt werden, die sogar zuerst eine Konstruktion der Bauart des „Metaphot“, die allerdings schon Jahre zurückliegt, bearbeitet hatten [siehe hierzu die Ausführungen von K. Laubenheimer in der „Zeitschrift für Infek-