

den gesteigerten Wert der deutschen Industrieerzeugnisse! Ob das Ergebnis dann künstlerisch oder handwerklich zu bewerten ist, kann uns dabei nicht sonderlich interessieren.

Zusammenfassung.

Die Vielheit der Erzeugnisse, der Aufwand von Mustern gibt auf die Dauer nicht den Ausschlag für die Beurteilung eines Unternehmens. Entscheidend ist vielmehr die Qualität seiner Ware, d. h. die Güte des Materials, der Wert

der Arbeit und der charakteristische Gesamteindruck der Erzeugnisse.

Gründliche Vorarbeiten im einzelnen und gleiche Bewertung aller Aufgaben — der kaufmännischen, der technischen und der formalen — sind notwendig, wenn das Gesamtbild eines Unternehmens mehr sein soll als ein Spiegel von ängstlichem Aufwand und krampfhafter Mühe mit dem einen Ziel, Umsätze zu erzwingen um jeden Preis. (10 007)

DK 681.2.089.6 : 536.521 (045)

Kontrolle der Temperaturanzeige von Teilstrahlungs-pyrometern durch Eichung im Betrieb*).

Von Hans Jebesen-Marwedel.

(Aus dem Laboratorium der Deutschen Libbey-Owens-Gesellschaft für maschinelle Glasherstellung A. G., DELOG, Gelsenkirchen-Rotthausen.)

(Eingegangen 5. Okt. 1935.)

Es werden an Teilstrahlungs-pyrometern festgestellte Anzeige-Fehler erörtert und Erfahrungen mit einer Wolfram-
bandlampe als Eichgerät zum Zwecke ihrer Erkennung bzw. Ausschaltung bekanntgegeben.

Fehler der Teilstrahlungs-pyrometer.

Die starke Abhängigkeit der Verarbeitungseigenschaften des Glases von seinem Wärmezustand bringt die Forderung nach äußerster Genauigkeit der Temperaturmessungen und der dazu dienenden Geräte mit sich. Die Zuverlässigkeit ihrer Anzeige ist ein unentbehrlicher Sicherheitsfaktor für den Betrieb. Die gebräuchlichen Teilstrahlungs-pyrometer besitzen zwar eine Anzeigegenauigkeit, die den meisten Anforderungen genügt, jedoch hat es sich ergeben, daß diese Anzeige im Laufe der Zeit veränderlich ist. Als Ursachen hierfür konnten erkannt werden:

1. Kontaktfehler,
2. Verunreinigungen in der Feinlagerung bzw. -aufhängung der Anzeigevorrichtung,
3. sonstige Veränderungen.

Zu 1.: Fehler unter den Schleifkontakten der drehbaren Verstellvorrichtung verraten sich selbst durch ein ruckweises Abfallen des Zeigers während seines Anstiegs an bestimmten Stellen des Tastsystems. — Sie sind im allgemeinen leicht durch Reinigen bzw. Nachstellen zu beseitigen.

Zu 2.: Die Aufhänge- und Spielvorrichtung des Zeigers ist das empfindlichste Organ des Meßgerätes. Kleinste Staubkörner

vermögen störende Reibungen zu verursachen. Am häufigsten rufen durch das Kraftfeld des Ankermagneten angezogene, winzige Eisenspänen die Störungen hervor. Ihre eigentliche Herkunft konnte nicht erkannt werden; doch darf als sicher gelten, daß die übliche Staubabdichtung durchaus unzureichend für betriebliche Beanspruchung war. Eine ausreichende Sicherung gegen Verunreinigung ist aber die Voraussetzung für die Verlässlichkeit des Gerätes.

Zu 3.: Neben den unter 1 und 2 genannten, zwar lästigen, aber ziemlich groben und daher leicht erkennbaren Fehlern mußte aus verschiedenen Beobachtungen geschlossen werden, daß mit einer langsamen, kaum merklichen, auf die Dauer aber nicht unbeträchtlichen Änderung der Anzeige zu rechnen ist. Ihre Ursache könnte z. B. in Veränderungen der äußeren Temperatur (Eigenwärme), im nachträglichen Altern der Fadenlampen, im zunehmenden Einfluß des rauhen Umgangs im Betrieb, in innerer oder äußerer Verstaubung oder Verunreinigung der Linse usw. liegen. Ihrer Tücke wegen, mit der sich eine solche fehlerhafte Anzeige einschleicht, wurden derartige Veränderungen unter dem Begriff „schleichende Fehler“ zusammengefaßt. Ihr wirkliches Vorhandensein wurde von verschiedenen Seiten bestätigt, stand also außer Zweifel.

Von dem Standpunkt ausgehend, daß es Sache der Hersteller sei, diese „schleichenden Fehler“ näher zu ergründen, gab es für den Betrieb nur ein Mittel, um etwaigen Täuschungen über die wahre Temperatur aus dem Wege zu gehen, nämlich die Beschaffung eines Eichgerätes, das jederzeit als unveränderliches Bezugssystem erhalten und durch Vergleiche in regelmäßigen Abständen etwa eingeschlichene Differenzen aufdecken konnte.

*) Dieser Bericht über Erfahrungen beim Eichen von Teilstrahlungs-pyrometern wurde auf Grund einer Aufforderung der WBG abgefaßt, die sich selbst als Vermittler zwischen den interessierten Stellen betätigte und damit, wie jene, in dankenswerter Weise zu wertvollen Aussprachen im Fachausschuß II (s. am Schluß) beitrug. — Das gesamte Zahlenmaterial wurde fortgelassen, um den bildlich gewonnenen Ueberblick nicht zu belasten. — Fabrikate wurden aus naheliegenden Gründen nicht genannt.

Anordnung des Eichgerätes.

Die Prüfung der optischen Pyrometer erfolgt mittels einer Wolfram-bandlampe (Betriebsstrom 6 Volt, 15 bis 30 Amp.), deren Strom-Temperatur-Abhängigkeit von der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt unter Berücksichtigung des Koeffizienten der vorgeschalteten Linse ermittelt wurde. Diese Linse gibt ein deutliches, vergrößertes Bild des leuchtenden Bandes. Eine zur Fernhaltung störender Strahlung eingeschaltete Blende gibt eine Stelle des glühenden Bandes frei, die durch eine kleine Einkerbung gekennzeichnet ist. Mit Regulierwiderständen läßt sich an Hand eines Ablese-Instrumentes eine bestimmte Stromstärke und damit eine ganz bestimmte Temperatur einstellen, die mit der Anzeige des zu prüfenden Gerätes zu vergleichen ist.

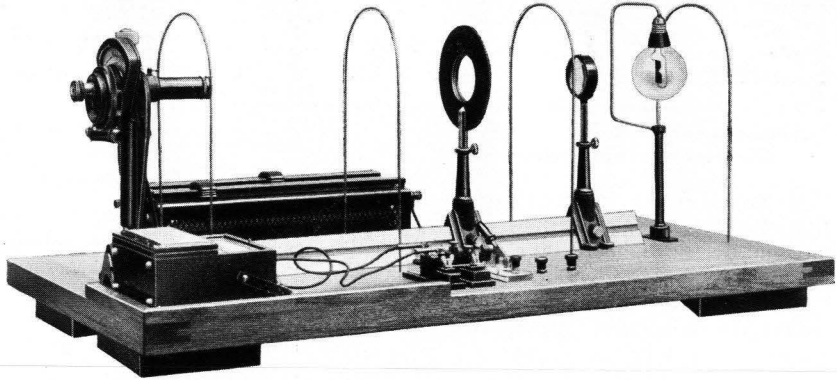


Bild 1a. Gesamtbild des Eichgerätes (ohne Verdunkelungsschirm).

Eichbefunde und ihre Erklärung.

Es waren 6 Teilstrahlungs-pyrometer in Gebrauch, im folgenden mit VL, I, II, III, IV und B bezeichnet.

Eine Prüfung der Genauigkeit von Vergleichsmessungen mit der Bandlampe an vier verschiedenen Versuchspersonen in 6 Stufen des Temperaturbereiches von 900 bis 1400° ergab eine Herstellbarkeit der Ueber-einstimmung bis auf $\pm 2,5^\circ$ sowohl im aufsteigenden als auch im abfallenden Sinne.

Ein erster und zweiter, im Abstand von 4 Monaten folgender Vergleich mit der Bandlampe ergab den Befund der in Bild 2 niedergelegten Abweichungswerte. Hieran fällt zweierlei auf:

a) der gleichartige Verlauf der Vergleichskurven gegenüber der Null-Linie bei unzulässig hohen Abweichungen von den nach der Angabe des Herstellers ermittelten Soll- bzw. Skalenwerten,

b) ein zusätzlicher Unterschied zwischen den einzelnen Geräten.

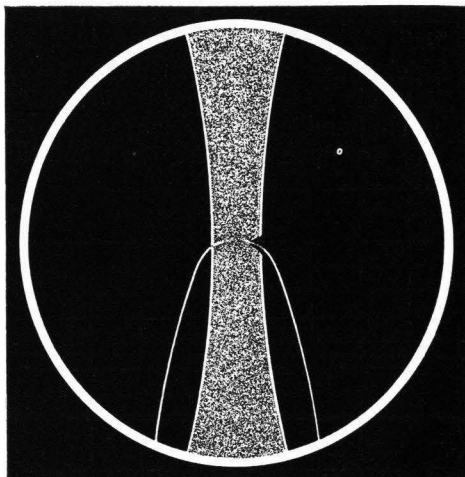


Bild 1b.

Blickfeld des Eichgerätes: Wolfram-band mit Kerbmarke und Glühfaden des Teilstrahlungs-pyrometers.

Zu a): Die wiederholte Bestätigung der übereinstimmend sinusartigen Vergleichskurven verschiedener Instrumente aus mehreren, um Jahre auseinander liegenden Lieferungen ließ die Vermutung aufkommen, daß sich darin ein Faktor äußere, der außerhalb der Instrumente zu suchen sei. Hierfür sprach auch der andernfalls außerordentlich hohe Gegensatz zu den mitgelieferten Skalenwerten. Es war naheliegend, zur Unterdrückung der jeweiligen Fehler einzelner Pyrometer Mittelwerte aus den Abweichungen aller 6 Geräte zu bilden. Die beiden Eichreihen wurden getrennt gemittelt und fallen, als Kurve dargestellt, nahe zusammen (Bild 3 a). Ihr gewogenes Mittel gibt schon eine sehr ausgeglichene Kurve (gestrichelt in Bild 3 b).

Da die Wolfram-bandlampe als einziger Faktor zwischen die Eichung der Fadenpyrometer seitens des Lieferwerkes und ihren jetzigen Zustand eingeschaltet worden war, wurde in dem Abweichtyp der Kurve 3 b eine Eigentümlichkeit der Bandlampe erblickt. Ihr Spiegelbild (Bild 3 b) mußte dann also eine Art „Korrekturkurve“ gegenüber der Ursprungs-eichung der Instrumente darstellen.

Diese Annahme sollte sich bestätigen: Wurden nämlich die in den ersten zwei Vergleichs-

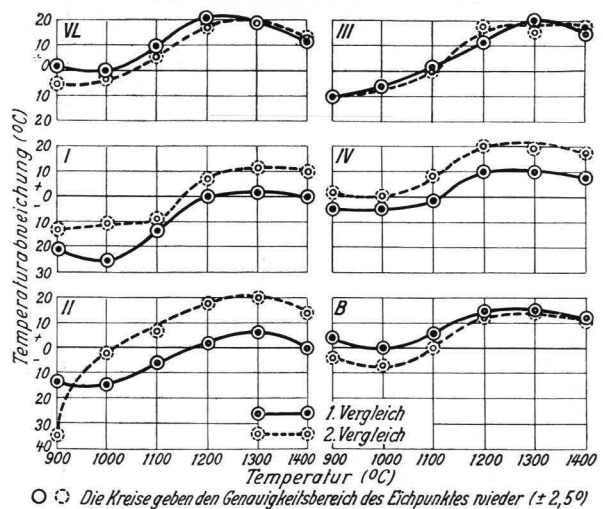


Bild 2. Zwei Meßreihen zum Vergleich von sechs Pyrometern mit dem „Eichgerät“.

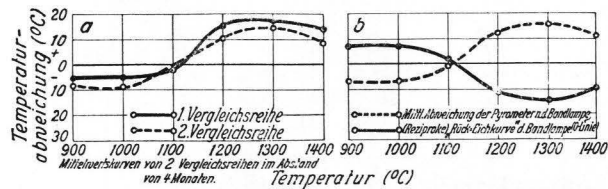


Bild 3a. Mittelwertskurven aus zwei Vergleichsreihen. Bild 3b. Gewogenes Mittel aus sämtlichen Vergleichsmessungen; dazu ihre Umkehrung als „Rückeichkurve“ der Bandlampe.

reihen gemessenen Werte um diese Spiegelbildwerte verändert, so ergab sich Bild 4.

Zu b): Jetzt erst waren die besonderen Eigenschaften der einzelnen Instrumente sozusagen herausgeschält. Waren ihnen damit auch keine Abweichungen mehr in Höhe des Bildes 2 zu unterstellen, so lagen sie doch noch außerhalb der zulässigen Grenzen. — Vor allen Dingen aber war die „innere zeitliche Schwankung“, als „schleichender Fehler“ bezeichnet, recht unerfreulich, betrug diese Differenz innerhalb von vier Monaten stellenweise doch über 15°, dabei nicht einmal gleichmäßig über den Meßbereich verteilt (vergl. VL, I, III und B.)!

Im ganzen war also folgendermaßen verfahren worden: Man wollte die Betriebsinstrumente eichen und mußte zuvor das Eichinstrument selbst auf Grund statistisch sichergestellter Meßunterlagen korrigieren. — Um auf diesem Wege fortzuschreiten, wurde eine weitere, dritte Eichreihe in die Untersuchung einbezogen (Bild 5). Ihre Umrechnung nach der spiegelbildlichen Mittelwertskurve ergab die Darstellung Bild 6. Unter diesen Kurven fallen diejenigen der Geräte VL und III als befriedigend auf. Ebenfalls sind die Instrumente I, IV und B noch als gut zu bezeichnen, wenn man berücksichtigt, daß die Unterschiede der Meßkurve in verschiedenen Temperaturbereichen höchstens um 10° verschieden sind, und daß sie selbst leicht durch Anbringung einer Nullpunktskorrektur in der Höhenlage bis auf geringe Werte auszugleichen war.

Wie schon in Bild 2, fällt das Instrument II aus dem allgemeinen Rahmen selbst dann heraus,

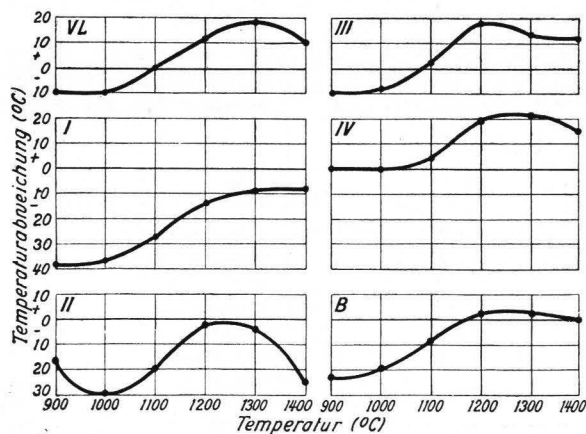


Bild 5. Dritte Vergleichsreihe.

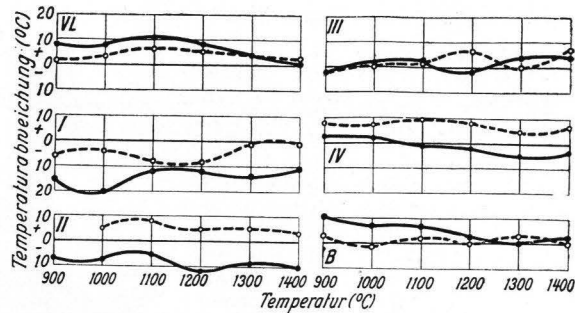


Bild 4. Die zwei Vergleichsreihen aus Bild 1, „eingerenkt“ um die spiegelbildliche Mittelwertskurve aus Bild 3b.

wenn, wie in Bild 6, die Mittelwertskurve der Bandlampe in das Prüfergebnis eingearbeitet wurde. Seine Zuverlässigkeit mußte darum angezweifelt werden. Es wurde zur Reparatur und völligen Ueberholung an den Hersteller eingeschickt. Nach seiner Rückkunft ergab die Eichung unter Einbeziehung der nunmehr als „Bandlampenkorrektur“ zu bezeichnenden spiegelbildlichen Mittelwertskurve die äußerst befriedigende Kurve 6 in Bild 7.

Damit war für uns erstmalig als sicher festgestellt worden, daß sowohl die Differenzen zwischen der Ursprungseichung des Herstellers und der Kontrolle im eigenen Betrieb als auch später eintretende Veränderungen sich praktisch ausschalten lassen durch die sozusagen statistisch ermittelte „Rückeichung“ der Wolframlampe.

In gleicher Weise wurde auch mit den anderen Pyrometern verfahren.

Ueber die so gefundenen Korrekturwerte lassen sich jetzt für alle Geräte Eich tafeln ausstellen, die nach Bedarf als Belegkarte in den Betrieb ausgegeben werden.

Spätere, inzwischen über 2 Jahre ausge dehnte Eichreihen derselben Instrumente ergaben das gleiche Bild: Die Einbeziehung der „Rückeichkurve“ der Wolframbandlampe in den Verlauf der Vergleichswerte über den Temperaturbereich von 900 bis 1400° unter Berücksichtigung etwaiger Nullpunktsverschiebungen an den Meßgeräten ergab einen brauchbaren Kontrollversuch

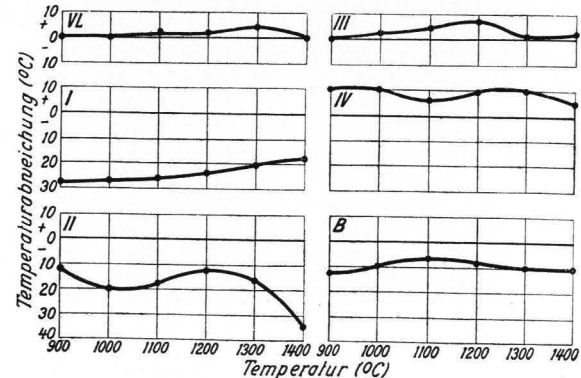


Bild 6. Dritte Vergleichsreihe, „eingerenkt“.

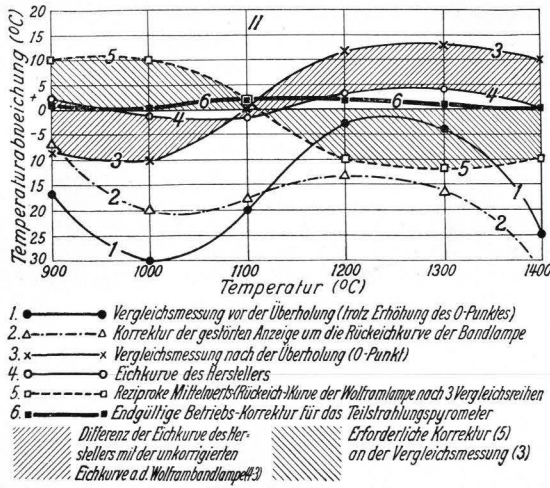


Bild 7. Nachweis der Störung eines Pyrometers (II), ihre Behebung und Kontrolle nach völliger Ueberholung, dargelegt in sämtlichen Phasen.

Die Kurve 1 zeigt Abweichungen von den Sollwerten der Bandlampe über -30° trotz Erhöhung der Ruhstellung des Zeigers über den Nullpunkt.

Die Kurve 2 ergibt sich durch Einrenkung der Kurve 1 um die Beträge der Rückeichkurve der Bandlampe. Sie beweist endgültig die vorliegende Störung. — Der Apparat wird überholt.

Die Kurve 3 ergab sich nach der Reparatur als Differenz gegenüber den Sollwerten der Wolframbandlampe.

Die Kurve 4 ist die seitens der Werkstatt des Herstellers verzeichnete Abweichung der Skalenanzeige des Instrumentes von der als „wirklich“ (?) angesehenen Temperatur nach der Reparatur. — In der Differenz zwischen 4 und 3 liegt der Unterschied zwischen den beim Hersteller und den im Betriebe gewonnenen Korrekturzahlen (rechtsschraffiert).

Die Kurve 5 entspricht der aus Mittelwerten gebildeten Rückeichkurve der Wolframbandlampe nach drei Vergleichsreihen (also nicht völlig identisch mit Bild 3b).

Die Kurve 6 kommt aus der um die Beträge der Kurve 5 (linksschraffiert) „richtiggestellten“ Vergleichsmessung 3 zustande. Der Inhalt beider schraffierten Flächen ist wesensgleich. Ihre Differenz voneinander entspricht der Genauigkeitsgrenze, mit welcher der Gegensatz zwischen den Korrekturwerten des Herstellers und den am Eichgerät gewonnenen behoben werden kann. Sie beträgt etwa $\pm 4^\circ$. Bis auf diesen Betrag kann die Kontrolle der Pyrometer einer „bestimmten“ Null-Linie (Normalen) angenähert werden.

für jedes einzelne Teilstrahlungs-pyrometer. Es stellte sich heraus, daß die Einbeziehung weiterer Vergleichsreihen in die Mittelwertsbildung der Rückeichkurve diese nicht mehr oder kaum noch verbessern konnte. Ihre Veränderung lag dann dem Bereich der Anzeige- bzw. Einstellgenauigkeit von $\pm 2,5^\circ$ nahe. — Trotzdem wird vorsichtshalber stets eine neue Mittelwertskurve unter Ausschaltung der Nullpunktsverlegung oder -verlagerung ermittelt.

In den Rückeichwerten der Wolframbandlampe kommt zum Ausdruck, daß gegenüber dem Eichverfahren des Herstellers eine Differenz besteht, die weder durch die den beiderseitigen Bandlampen seitens der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt mitgegeben, äußerst sorgfältig ermittelten Strom-Temperaturwerte**), noch durch andere

**) Eine nochmalige Prüfung der Lampen in der PTR vermochte den Abweichtyp nicht aufzuklären, wenn auch die gefundenen Stromzahlen nicht völlig die gleichen waren, wie in der ursprünglichen Eichung. [Ausführliche gutachtliche Aeüßerung der P. T. R. (III, 769, 903 und 908/34) vom 12. 7. 34.] — Herr Prof. Hoffmann (PTR) sei ausdrücklich für seine freundliche Mitwirkung an der Bearbeitung der Frage bedankt.

Umstände aufzuklären war. Es konnte zwar mehrfach beobachtet werden, daß Störungen im Wolframband vorlagen (zeitweises Aufhellen von Flecken in der Nähe der Kerbmarke), doch wurden die Messungen während dieser Zeit ausgesetzt. Auch würden sie keine genügende Erklärung für den festliegenden „Typ“ der Rückeichkurve abgeben, deren Ursache in Material- oder apparativen Umständen des Standortes gesucht werden müßte.

Aus den vorliegenden und im Laufe der Besprechungen gesammelten Erfahrungen ergibt sich als empfehlenswert, eines der Teilstrahlungs-pyrometer mit besonders gut gealterter Fadenlampe zweckmäßig als Standardgerät zu bewahren. Damit fände allerdings die Wolframbandlampe nur noch als mittelbar übertragendes Temperaturfeld Verwendung. Dies wurde auch von R. Steck†) gefordert und eine entsprechende praktische Anordnung entwickelt. Immerhin ergibt sich dadurch die Notwendigkeit einer doppelten Uebertragung unter Beteiligung von zwei Personen (s. Referat über den Aufsatz Steck). Außerdem besteht auch hierbei die Gefahr, daß die Fadenlampe auf die Dauer nicht gleichförmig bleibt**). — Demgegenüber scheint man die Wolframbandlampe nach Korrektur durch eine statistisch ermittelte „Rückeichkurve“ auch als unmittlbares Bezugssystem gelten lassen zu können. Zum mindesten ist sie in der einen oder anderen Form geeignet, um durch regelmäßige Vergleiche die nachteiligen Folgen von Fehlmessungen für den Betrieb weitgehend herabzumindern.

Zusammenfassung.

1. Teilstrahlungs-pyrometer zeigen „schleichende Fehler“. Darunter werden zeitlich unbemerkt vor sich gehende, aus verschiedenen Ursachen entspringende Anzeigeveränderungen verstanden, die weit außerhalb der ihnen beige-messenen Genauigkeit liegen. (Festgestellt wurden Unterschiede bis über 30° !)

2. Zur Ausschaltung dadurch bedingter Täuschungen ist ein zuverlässiges Bezugssystem erforderlich, als welches eine Wolframbandlampe in Betracht kommt.

3. Die amtlich geeichte Wolframbandlampe zeigt, in die Kontrollvorrichtung des Standortes eingebaut, eine charakteristische Abweichung von den Korrekturwerten aus der Fabrikation der Teilstrahlungs-pyrometer.

4. Aus Vielfachmessungen läßt sich eine Mittelwertskurve errechnen, die als „Rückeichkurve“ der Wolframbandlampe deren Charakteristikum herauschält.

†) R. Steck: „Das Eichen von Teilstrahlungs-pyrometern mit der Bandlampe“. Stahl u. Eisen, 55 (1935), Nr. 27, S. 737—739. [Dasselbst auch nähere Angaben über Fehlermöglichkeiten und Behandlung der Instrumente.] (Ref. Glastechn. Ber., 13 (1935), H. 10, S. 372.)

5. Unter Einbeziehung dieser statistisch ermittelten Rückkehrkurve ist die Wolframbandlampe trotz ihrer Unvollkommenheit als Bezugssystem für Kontrollmessungen brauchbar.

6. Ein von anderer Seite†)††) empfohlenes Verfahren zur Eichung der Teilstrahlungs-pyrometer besteht darin, die Bandlampe überhaupt nur als übertragendes Strahlungsfeld zu be-

†) Siehe Fußnote †) auf S. 419 r.

††) Glastechn. Ber., 13 (1935), H. 1, S. 36.

Auszug aus dem Schrifttum über optische Temperaturmeßgeräte und -verfahren.

(Zeitlich geordnet.)

G. Keinath: Ueber die subjektiven Einstellfehler bei optischen Pyrometern. Stahl u. Eisen, 43 (1923), S. 9. (Ref. Glastechn. Ber., 1 (1923/24), S. 55.)

(E. A. Coad-Pryor, W. M. Clark, R. W. Whipple, C. E. Foster, W. Bowen:) „The use of pyrometers in the glass industry“. J. Soc. Glass Technol., 8 (1924), S. 94—138. (Ref. Glastechn. Ber., 2 (1924/25), S. 58.)

A. Fry: Optische Temperaturmessungen in der Praxis. Stahl u. Eisen, 44 (1924), H. 45, S. 1398—1405, 6 Abb. (Ref. Glastechn. Ber., 3 (1925/26), S. 222.)

H. Miething: Das Siemens-Glühfadenpyrometer. Siemens-Z., 5 (1925), S. 193—197. (Ref. Glastechn. Ber., 3 (1925/26), S. 232—233.)

G. Gehlhoff und M. Thomas: Temperaturmessungen an Glasöfen. Glastechn. Ber., 4 (1926/27), S. 210—219, 5 Abb., 7 Tab.

H. Schmidt: Die Grundgedanken der Strahlungs-pyrometrie. Mitt. Nr. 77 Wärmestelle Verein Dtsch. Eisenhüttenleute. 11 S. (Ref. Glastechn. Ber., 4 (1926/27), S. 235.)

A. Schack: Geräte und Verfahren zu Temperaturmessungen. Mitt. Nr. 96 u. 97 Wärmestelle Verein Dtsch. Eisenhüttenleute. 40 S., 29 Abb. (Ref. Glastechn. Ber., 5 (1927/28), S. 281.)

H. Miething: Die Optik der Gesamtstrahlungs-pyrometrie. Wiss. Veröff. Siemens-Konzern, 6 (1928), H. 2, S. 135—146. (Ref. Glastechn. Ber., 6 (1928/29), S. 263.)

nützen, die Vergleichenungen aber auf ein für diesen Zweck besonders sorgfältig ausgewähltes Fadenpyrometer zu beziehen, das dann für Betriebsmessungen natürlich nicht verwendet werden darf.

Aussprachen.

Aussprachen über die Eichung der Teilstrahlungs-pyrometer fanden in mehreren Sitzungen des Fach-ausschusses II der DGG zwischen dem 11. Nov. 1931 und dem 13. Nov. 1934 statt. Kurze Berichte darüber s. in „Glastechn. Ber.“, 10 (1932), S. 16; 12 (1934), S. 35; 13 (1935), S. 36.

H. Schmidt und W. Liesegang: Spektral-pyrometrische Messungen am Siemens-Martin-Ofen. Mitt. Kaiser Wilhelm-Institut. Eisenforschung, Bd. 10, Lief. 5, Abh. 101. Düsseldorf 1928, Verlag Stahleisen. 19 S., 26 Abb. (Ref. Glastechn. Ber., 6 (1928/29), S. 604.)

G. Ribaud: Traité de pyrométrie optique. (Abhandlungen über die optische Pyrometrie.) Paris (XVe) 1931, Éd. de la Revue d'Optique Théor. et Instrum., 448 S., 163 Abb.

Heinr. Loeck: Messungen mit optischen Pyrometern. Diss. T. H. Darmstadt. (Leipzig 1931, Druckerei der Werkgemeinschaft.) (Ref. Stahl u. Eisen, 52 (1932), Nr. 5, S. 122.)

K. Metzger, W. Schneekloth und W. Büsing: Temperaturmessungen an Glasschmelzöfen. Fach-ausschußber. DGG Nr. 20. Frankfurt (M.) 1932. 24 S., 27 Abb.

Gerhard Naeser: Die Praxis der Teilstrahlungs-pyrometrie. Stahl u. Eisen, 54 (1934), S. 1158—1160. (Ref. Glastechn. Ber., 13 (1935), H. 4, S. 134.)

Rudolf Steck: Das Eichen von Teilstrahlungs-pyrometern mit der Bandlampe. Stahl u. Eisen, 55 (1935), Nr. 27, S. 737—739, 3 Abb. (Ref. Glastechn. Ber., 13 (1935), H. 10, S. 372.)

Rudolf Hase: Temperaturmessung an flüssigen und festen Metallen, dargestellt am Beispiel des Eisens. Z. Verein Dtsch. Ing., 79 (1935), Nr. 45, S. 1351—1355. (Ref. im vorlieg. Heft, S. 445.) (10 036)

DK 544.8 + 545.8 : 546.19 : 666.115 (045)

Beiträge zur mikrochemischen Analyse der Gläser. VIII*).

Zur Bestimmung des Arsens im Glase.

Von W. Geilmann und O. Meyer-Hoissen.

(Technische Hochschule Hannover, Institut für anorganische Chemie.)

(Eingegangen 1. Oktober 1935.)

Die kolorimetrische Arsenbestimmung und ihre Anwendung in der Glasanalyse. — Bestimmung größerer Arsenmengen. — Getrennte Bestimmung von 3- und 5wertigem Arsen. — Leistungsfähigkeit der Verfahren in der praktischen Glasanalyse.

Eine erhebliche Ersparnis an Material und Arbeitszeit wird erreicht, wenn zur Bestimmung der oft sehr geringen Arsenmengen in Gläsern die in der Toxikologie üblichen Verfahren herangezogen werden, die auf einer Verflüchtigung des Arsens als Arsenwasserstoff und Ermittlung des letzteren beruhen¹⁾.

1. Bestimmung sehr kleiner Arsenmengen.

Arsenmengen von 0,002 bis 0,080 mg in je 1 g Glas, entsprechend 0,0002 bis 0,008%, werden am einfachsten nach dem von Hefti²⁾ angegebenen und C. R. Sanger und O. F.

Black³⁾ abgeänderten Verfahren kolorimetrisch ermittelt aus der Stärke der Gelb- bzw. Orangefärbung von Quecksilberchlorid-Papierstreifen, über die der entwickelte Arsenwasserstoff geleitet wurde.

* Vgl. Glastechn. Ber., 7 (1929/30), S. 328—332 (1. Cu, 2. Pb); 8 (1930), S. 404—408 (3. Zn); 9 (1931), S. 274—279 (4. F); 12 (1934), S. 302—307 (5. Co, 6. Ni); 13 (1935), S. 86—89 (7. Au).

¹⁾ Betreffs des umfangreichen Schrifttums sei auf die Lehrbücher der Toxikologie und die Spezialwerke verwiesen.

²⁾ Hefti, Inaug.-Diss. Zürich 1907.

³⁾ C. R. Sanger u. O. F. Black, Z. anorg. allg. Chem., 58 (1908), S. 121.