

Analytisch-technische Untersuchungen

Kaliumbestimmung auf flammenphotometrischem Wege*)

Von Dr. E. RAUTERBERG und E. KNIPPENBERG

Deutsches Kalisyndikat, Landwirtschaftliche Versuchsstation Berlin-Lichterfelde

Bei der flammenspektralanalytischen Bestimmung des Kaliums wird gewöhnlich die Intensität der violetten Kaliumlinien 4044,2 und 4047,2 gemessen. Die Schwärzungsdichte, die sie in einer bestimmten Zeit in der lichtempfindlichen Schicht einer Photoplatte prägen, wird mit solchen von Lösungen bekannter K-Konzentrationen verglichen. Bei dieser Art der Lichtintensitätsmessung sind aber Fehler von $\pm 10\%$ oft nicht zu vermeiden, und der Umweg über die Photoplatte ist außerordentlich zeitraubend.

Es hat nicht an Versuchen gefehlt, einmal die Lichtintensität direkt auf visuellem oder elektrischem Wege zu photometrieren und zum anderen Mal die großen Lichtverluste im Spektrographen oder Monochromator durch Anwendung selektierender Lichtfilter herabzusetzen. Das Eliminieren bestimmter Linien aus dem Flammenspektrum durch Farbfilter ist in den meisten Fällen, wegen der großen Breite solcher Filter, äußerst unvollständig, und man wird, wenn eine vollständige Trennung der Linien angestrebt wird, nicht auf die Anwendung eines Spektrographen oder Monochromators verzichten können. Im vorliegenden Fall liegt allerdings die zu messende Spektrallinie so günstig, daß hier ein Farbfilter mit Erfolg angewendet werden konnte, zumal die in der Nähe liegenden Linien, die von dem Filter nicht oder zum Teil absorbiert werden, in dem zu untersuchenden Material nur in ganz geringen Mengen oder gar nicht vorkommen.

Vor einiger Zeit ist von den beiden Firmen Carl Zeiss, Jena, und Siemens & Halske A.-G., Berlin, das Kalium- und Phosphorsäure-Meßgerät nach *Schuhknecht-Waibel* herausgebracht worden, das nach folgendem Prinzip arbeitet:

Die Lösungen, deren Kaliumgehalt bestimmt werden soll, werden mittels eines abgeänderten *Lundegårdh*-Zerstäubers vernebelt und in dieser Form einer Acetylenflamme zugeführt. Aus dem Flammenspektrum wird die rote Kaliumdublette (7664,9 und 7669,0 Å.) herausgefiltert und die Energie dieser Linie direkt über eine Cäsium-Photozelle gemessen. Die Durchlässigkeit des Lichtfilters RG 8 beginnt bei 7000 Å.

Dieses Gerät wurde von uns auf seine Meßgenauigkeit, Konstanz und Betriebssicherheit geprüft. Wir stellten fest, daß die Analysenwerte oft Schwankungen von 5% und mehr erreichen können. Die Apparatur ist zwar zur Bestimmung des Kaliums in *Neubauer*-Pflanzenasche und wäßrigen kalkarmen Bodenausgüssen zu verwenden; sie muß aber unbedingt da abgelehnt werden, wo zur quantitativen Analyse des Kaliums bisher nur die Perchloratmethode zulässig ist, d. h. ein Analysenfehler von 0,3% nicht überschritten werden darf¹⁾.

Im folgenden sollen zunächst die einzelnen Fehler der Apparatur aufgezeigt und einige Beobachtungen mitgeteilt werden, die insgesamt den oben erwähnten Fehler ausmachen.

Die verwendeten I-stufigen Druckminderer sind nicht in der Lage, den Arbeitsdruck für Acetylen und Preßluft konstant zu halten. Nach wenigen Messungen sinkt der Preßluftdruck um etwa $\frac{1}{50}$ atü ab, desgl. der Acetylendruck um ~ 2 mm Wassersäule. Diese Druckschwankungen ziehen getrennt schon einen Fehler von 0,5% nach sich.

Der Zerstäuber, mit der wichtigste Teil der Apparatur, hat verschiedene Mängel. Sein Wirkungsgrad ist zu klein, die

Ausbeute an „prallfesten“ Nebeln ist gering. Diese geringe Leistung macht sich besonders bei Bodenlösungen, die nur eine äußerst geringe K-Konzentration aufweisen, unangenehm bemerkbar. Es müssen schon sehr empfindliche Spiegelgalvanometer verwendet werden, wenn man überhaupt noch Unterschiede feststellen will. Wie beim *Lundegårdh*-Zerstäuber wird auch hier die nicht vernebelte und zum Ansaugrohr zurückfließende Versuchslösung immer wieder aufs neue zerstäubt. Durch Verdunstung steigt dabei die Konzentration innerhalb 1 min um 1–2% an. Das Säubern des Zerstäubers nach jeder Analyse ist lästig und verlängert die Zeitdauer der Analyse unnötig.

Eine versteckte Fehlerquelle liegt auch in der Anordnung der Acetylendüse. Diese ragt etwa 2 cm in das Brennerrohr hinein und wird von den an dieser Stelle eintretenden Flüssigkeitsnebeln umspült. Trotz des ausströmenden Acetylens kriecht bei der gewählten Anordnung die an der Düse sich niederschlagende Salzlösung in die Öffnung hinein und kristallisiert in feinsten Verteilung aus. Dabei kommt es selten zu einer vollständigen Verstopfung. Die feinen Salzkrusten können sogar nach einiger Zeit wieder ausgestoßen werden, und der anfängliche Düsenquerschnitt ist wiederhergestellt. Der Meßfehler, der durch die dauernde Änderung der Acetylenmenge hervorgerufen wird, kann je nach dem Abstand der Kontrollmessungen bis zu 5% und in krassen Fällen, die aber an der starken Veränderung der Acetylenflamme zu erkennen sind, bis zu 20% betragen.

Die bei der *Schuhknecht-Waibel*-Apparatur verwendete Photozelle ist eine mit Edelgas gefüllte Spezial-Preßler-Zelle. Sie liefert sehr starke Photoströme ($5000\text{--}10000 \cdot 10^{-10}$ A/m.l.), zeigt aber die bekannten Erholungs- und Ermüdungserscheinungen, die bei gasgefüllten Zellen häufiger beobachtet werden und z. B. von *Kortüm*²⁾, *Heyes* u. a. beschrieben sind. Die Stärke dieser Empfindlichkeitsänderung richtet sich weniger nach der angelegten Saugspannung, als vielmehr nach der Stärke der Belichtung pro Flächeneinheit.

Versuche, eine bessere Konstanz der Zelle durch Vorbelichtung oder „Gewöhnung“ an einen bestimmten Lichtintensitätsbereich zu erzielen, verliefen ergebnislos. In Tab. I ist die Ermüdungs- und Erholungsstärke einer der vier von uns untersuchten Zellen dieser Type wiedergegeben.

Tabelle 1. Belichtung der Photozelle mit konst. Lichtquelle.

Zeitangabe in min	Ausschlag in mm	Bemerkungen	Zeitangabe in min	Ausschlag in mm	Bemerkungen
0	760		35	739	
2	755		40	737	
6	750		45	736	
10	748		50	735	
15	746		55	733	
20	745		60	732	
25	743		65	731	
30	740		70	728	
		Ununterbrochen belichtet			Ununterbrochen belichtet
					Zelle 5 min verdunkelt

In Tab. 2 sind die Analysendifferenzen zu erkennen, mit denen man bei sonst einwandfreien Bedingungen rechnen muß, wenn man innerhalb eines Konzentrationsbereichs von 20–90 mg K_2O in 100 cm³ arbeitet und die oben erwähnte Edelgaszelle verwendet.

Die Lösungen wurden pausenlos durchgemessen und die Vergleiche stets auf die vorausgegangene Standardmessung gleicher Konzentration bezogen. Es darf nicht übersehen werden, daß der Zwischenraum bis zur Wiederholung einer Konzentration nur 7 abgestufte Messungen einschließt und bei der meist üblichen Kontrolle nach jeder 10.–20. Versuchslösung der mögliche Fehler noch größer wird. Außerdem wird die Photozelle bei der Art der Messung, also bei gleichbleibendem Konzentrationsrhythmus, an

*) Die Methode wird für den speziellen Gebrauch der Landwirtschaftlichen Versuchsstationen in der Zeitschrift „Bodenkunde und Pflanzenernährung“ veröffentlicht.

1) Vgl. *Schuhknecht*, diese Ztschr. 50, 299 [1937].

2) Vgl. diese Ztschr. 52, 687 [1939], 53, 183 [1940].

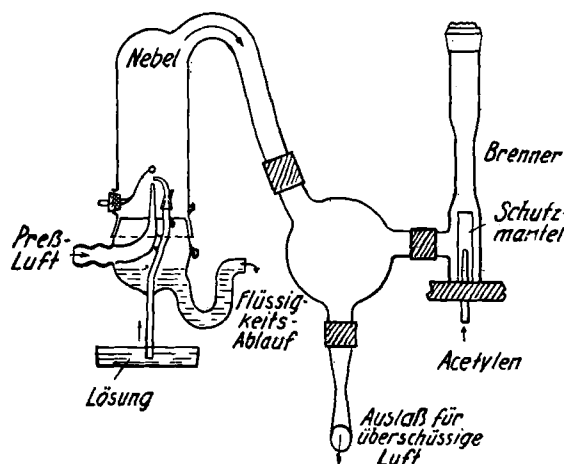
Tabelle 2. Werte gemessen mit der *Schuhknecht-Waibel*-Apparatur

mg K_2O in 100 cm ³	Zeitangabe	Galvano- meter- ausschlag mm	Zeit- angabe	Galvano- meter- ausschlag mm	Differenz		Zeit- angabe	Galvano- meter- ausschlag mm	Differenz		Zeit- angabe	Galvano- meter- ausschlag mm	Differenz	
					mg K_2O	% K_2O			mg K_2O	% K_2O			mg K_2O	% K_2O
90	10 ⁴⁵	376	11 ³⁴	363	5,0	5,6	11 ³⁴	357	3,2	3,6	11 ³⁹	354	1,4	1,6
80	10 ⁴⁶	350	11 ³⁹	344	2,1	2,6	11 ³⁹	336	3,1	3,9	11 ⁴⁰	333	1,2	1,5
70	10 ⁴¹	321	11 ³⁹	318	1,1	1,6	11 ³⁹	311	2,5	3,6	11 ⁴⁰	308	1,2	1,7
60	10 ⁴⁴	293	11 ³⁸	290	1,0	1,7	11 ³⁹	286	1,3	2,2	11 ⁴⁴	283	1,0	1,7
50	10 ⁴⁸	263	11 ³⁸	260	0,9	1,8	11 ³⁹	256	1,2	2,4	11 ⁴⁰	254	0,6	1,2
40	10 ⁴⁸	229	11 ³⁸	226	0,8	2,0	11 ³⁹	223	0,8	2,0	11 ⁴⁰	222	0,3	0,8
30	11 ⁰⁰	189	11 ³⁰	187	0,4	1,3	11 ³⁹	185	0,4	1,3	11 ⁴⁰	183	0,4	1,3
20	11 ⁰⁰	140	11 ³²	139	—	—	11 ³⁷	137	—	—	11 ³⁷	136	—	—

eine mittlere Lichtstärke gewöhnt. Man darf also bei der Betrachtung der letzten Zahlenreihen in Tab. 2 nicht zu dem Trugschluß kommen, daß der Fehler mit fortschreitender Meßdauer immer kleiner wird und nachher ganz vernachlässigt werden kann. Im Gegenteil kann die hier aufgezeichnete höchste Differenz von 5% überschritten werden, wenn z. B. nach einer Reihe von Lösungen mit hoher Konzentration solche mit bedeutend niedrigerer gemessen werden und umgekehrt. Die Erholungs- und Ermüdungserscheinungen der Photozelle, wie sie in Tab. 1 gezeigt werden, kommen dann voll und ganz zur Auswirkung.

Um die bisher erwähnten Fehler der Schukhnecht-Waibel-Apparatur auszumerken, haben wir folgende **Änderungen und Verbesserungen** vorgenommen:

Zur Reduzierung der Preßluft- und Acetylen-Flaschendrucke verwenden wir 2stufige Druckminderer, die nach einigen Minuten Temperatursausgleich eine Feineinstellung sowie absolute Gleichhaltung des eingestellten Niederdruckes bei veränderlichem Hochdruck gestatten.



Verbessertes Gerät für K-Bestimmung.

Die neue Zerstäuberform ist aus vorstehender Abbildung ersichtlich; die Vorteile gegenüber dem alten Zerstäuber bestehen darin, daß er nicht mehr nach jeder Analyse gereinigt werden muß. Er reinigt sich selbsttätig, da nur frische Lösung von außen angesaugt wird. Der nicht vernebelte Teil fließt durch das Syphonrohr am Boden des Zerstäubers ab. Ferner wurde über der Zerstäuberdüse eine Glaskugel von 2—3 mm Dm. angebracht. Sie hat die Aufgabe, den Flüssigkeitsstrahl so zu steuern, daß er gleichmäßig um die Kugel herumgezogen und dabei sehr fein verteilt wird. Die Nebelbildung wird dadurch sehr stark begünstigt, und die Galvanometerauslässe liegen, insbes. bei Lösungen mit geringer K-Konzentration, um das fünffache höher, als man sie mit einem gewöhnlichen Zerstäuber erhalten hätte. Gleichzeitig wird durch die Kugel der Luftstrom geglättet, was ein bedeutend ruhigeres Brennen der Flamme zur Folge hat.

Der Zerstäuber besteht aus 2 Teilen, der Glocke und der Zerstäuberanordnung, die durch einen Schliff verbunden werden. Die Flüssigkeitsdüse ist auswechselbar; der jeweils verwendete Düsenquerschnitt bestimmt die Durchlaufgeschwindigkeit der Lösung.

Um bei dem gegebenen Querschnitt der Luftdüse auch mit höherem Druck verdüsen zu können, ohne der Flamme zu viel Luft zuzuführen, wurde eine der 3 Tuben an der Kugel zwischen Brenner und Zerstäuber mit einem verjüngten

Glasrohr versehen, dessen Verjüngung sich nach dem angewendeten Luftdruck richtet. Durch diesen Auslaß kann der überschüssige Luft-Nebel-Strom entweichen.

Die Acetylendüse wurde zum Schutz gegen die Salznebel mit einem Glasmantel umgeben (siehe Abbildung). Die oben erwähnten Acetylendruckdifferenzen und die damit verbundenen Meßfehler wurden danach nicht mehr beobachtet.

Im Hinblick auf die oftmals geringe K-Konzentration in Bodenlösungen konnte die Empfindlichkeit des Gerätes noch dadurch gesteigert werden, daß statt des runden ein spaltförmiger Brennerkopf verwendet wurde. Die Spaltöffnung steht parallel zur optischen Achse der Apparatur, so daß die Flammentiefe von der Photozelle aus gesehen vergrößert und damit auch die Empfindlichkeit gesteigert wird.

Die Edelgaszelle (T 125, Infram-Leipzig) wurde gegen eine Caesium-Vakuum-Zelle der Firma Carl Zeiss, Jena, ausgetauscht. Sie erfüllte die gestellten Bedingungen restlos. Obwohl die Zelle mit 3 verschiedenen Belichtungsstärken jeweils 1 h belastet wurde, konnten keine nachteiligen Erscheinungen beobachtet werden. Sie ist allerdings im Gegensatz zu der Edelgaszelle bedeutend unempfindlicher. Die Flammenfärbung von 0,1 mg K_2O in 100 cm³ erzeugt einen Photostrom, der nur von einem Spiegelgalvanometer gemessen werden kann, das mindestens eine Empfindlichkeit von $0,26 \cdot 10^{-8}$ A/mm bei einem Skalenabstand von 1,5 m besitzt.

Die bisher aufgezählten Verbesserungen der Apparatur ermöglichen eine genaue Kaliumbestimmung. In Tab. 3 sind einige Meßreihen aufgezeichnet, bei denen die höchste Abweichung vom Mittelwert 0,5% beträgt. Dieser Fehler entsteht durch die Formänderung der Flamme und kann durch Parallelmessungen noch verkleinert werden.

Bei der flammenphotometrischen Bestimmung des Kaliums sind aber noch folgende Einflüsse physikalischer und chemischer Art zu berücksichtigen. Das zu analysierende Material enthielt in der Hauptsache außer Kalium auch noch Na, Ca und Mg. Das anfangs erwähnte selektierende Lichtfilter hat auch für Na und Ca noch eine geringe Durchlässigkeit. 200 mg Na_2O und CaO in 100 cm³ Lösung täuschen einen K_2O -Gehalt von 0,18 bzw. 0,7 mg vor. In Verbindung mit Kalium wird ihr Einfluß noch verstärkt. Bei einem Konzentrationsverhältnis von 10 K zu 150 Na bzw. 10 K zu 150 Ca wurde eine Erhöhung der K-Werte gegenüber reinen K-Lösungen von 7 bzw. 10% festgestellt.

Die Totalsalzmenge der Versuchslösungen muß in besonders krassen Fällen bei der Herstellung der Vergleichslösung berücksichtigt werden. 20 mg K_2O in einer 2 n- NH_4Cl -Lösung, verglichen mit reiner K_2O -Lösung, ergab eine Differenz von 20%; dieselbe K-Menge in $\frac{1}{20}$ NH_4Cl eine solche von 1%. Das gleiche gilt für saure Lösungen. Von den Säuren HCl, H_2SO_4 und HNO_3 zeigt HCl die stärkste Depression.

Das begleitende Anion bestimmt ebenfalls die Stärke der K-Emission. Bei einer Konzentration von 100 mg K_2O in 100 cm³ ist das Verhältnis von $Cl^-:SO_4^{2-}:NO_3^-:HPO_4^{2-}:CH_3COO^- = 100:100,9:100,7:101:101$.

Von großem Einfluß ist auch die Temperaturdifferenz von Vergleichslösung und Versuchslösung. Eine Abweichung von der Temperatur 20° um 6° nach oben ergibt einen Fehler von +2,5% und um 6° nach unten einen solchen von -1,9%.

Unter Berücksichtigung aller bisher aufgezählten Fehlermöglichkeiten wurden 35 Kalisalze verschiedener Zusammensetzung auf flammenphotometrischem Wege analysiert.

Tabelle 3. Werte gemessen mit der verbesserten Apparatur; die Lösungen wurden pannenlos gemessen

mg K_2O in 100 cm ³	Meßreihe I Galvano- meterauschl. mm	Meßreihe II Galvano- meterauschl. mm	Differenz		Meßreihe III Galvano- meterauschl. mm	Differenz		Meßreihe IV Galvano- meterauschl. mm	Differenz		Meßreihe V Galvano- meterauschl. mm	Differenz	
			mg K_2O	% K_2O		mg K_2O	% K_2O		mg K_2O	% K_2O		mg K_2O	% K_2O
100	430	431	+0,1	+0,1	431	+0,1	+0,1	430	-0,3	-0,3	432	+0,4	+0,4
90	404	403	-0,2	-0,23	404	+0,2	+0,23	403	-0,2	-0,23	403	-0,2	-0,23
80	477	477	±0	±0	477	±0	±0	476	+0,4	+0,5	478	+0,4	+0,5
70	450	450	-0,1	-0,14	451	+0,2	+0,29	449	-0,1	-0,14	451	+0,2	+0,29
60	418	417	-0,2	-0,33	417	-0,2	-0,33	418	+0,1	+0,17	418	+0,1	+0,17
50	384	384	-0,1	-0,20	384	-0,1	-0,20	384	-0,1	-0,20	385	+0,2	+0,40
40	348	347	-0,05	-0,13	347	-0,05	-0,13	347	-0,05	-0,13	347	-0,05	-0,13
30	304	304	+0,16	+0,53	303	-0,04	-0,13	303	-0,04	-0,13	303	-0,04	-0,13
20	254	253	-0,09	-0,45	253	-0,09	-0,45	254	+0,06	+0,30	254	+0,06	+0,30
10	185	184	—	—	184	—	—	184	—	—	184	—	—

Tabelle 4.

Nr.	Salzart	KCl	K ₂ SO ₄	MgCl ₂	MgSO ₄	CaSO ₄	NaCl	K ₂ O %	
								Perchlorat-Methode	Flammen-photometr.
1	Carnallit, Bismarckshall	17,3	=	13,1	17,4	~ 3,0	31,8	11,0	11,1
2	Carnallit, Wintershall	25,2	—	30,8	0,6	—	8,0	16,0	15,9
3	Bohrprobe, Schacht Borth	23,4	—	1,6	58,5	0,1	6,5	14,8	14,8
4	Kainit, Ronnenberg	23,8	—	0,2	27,4	—	42,8	15,1	15,1
5	Kainit, Salzdettfurth	20,9	—	9,6	5,9	1,1	50,7	13,3	13,3
6	Kainit, Bismarckshall	21,8	—	—	1,4	~14,0	62,4	13,8	13,9
7	Kainit, Niedersachsen	22,8	—	—	0,8	~2,0	73,3	14,4	14,7
8	Kainit, Elsaß	16,1	—	—	5—3% CaCO ₃ und Ton		—	10,2	10,3
9	20er Düngesalz, Bleicherode	34,5	—	1,0	—	~ 21,0	41,5	21,9	21,8
10	20er Düngesalz, Roßleben	28,2	4,8	—	14,9	~7,0	41,4	20,5	20,5
11	20er Düngesalz, Bergmannsseggen	35,2	—	0,3	16,5	0,5	44,1	22,1	22,3
12	40er Düngesalz, Ruffland	67,3	—	0,3	—	0,8	30,7	42,4	42,4
13	40er Düngesalz, Siegfried-S.	62,5	2,6	—	9,8	0,1	21,7	40,9	40,9
14	40er Düngesalz, Siegfried-S.	62,8	5,3	—	12,6	0,1	15,4	42,1	42,1
15	40er Düngesalz, Sollstedt	65,0	—	1,0	0,2	9,0	24,5	41,2	41,2
16	40er Düngesalz, Salzdettfurth	67,5	—	2,0	1,0	0,5	26,5	42,7	42,8
17	40er Düngesalz, Wintershall	60,7	—	3,3	8,4	2,0	21,2	38,4	38,4
18	80er Chlorkalium, Totes Meer	81,4	—	0,05	0,04	—	18,0	51,2	51,2
19	80er Chlorkalium, Polen	87,0	—	0,6	0,1	Spur	11,3	55,1	55,1
20	80er Chlorkalium, Friedrichshall	80,2	0,7	—	1,3	0,2	16,7	51,0	50,9
21	80er Chlorkalium, Haussa	80,9	—	—	4,5	2,9	10,1	50,9	50,9
22	Chlorkalium aus Melasse	82,7	14,7	—	1,2% K ₂ CO ₃	—	0,6	61,2	61,2
23	90er Chlorkalium, Salzdettfurth	92,1	—	1,1	0,6	Spur	4,5	58,3	58,1
24	95er Chlorkalium, Bleicherode	96,8	—	0,04	0,09	1,7	0,9	61,3	61,2
25	Trona Chlorkalium, USA	94,5	Spur	—	—	—	2,6	59,9	60,0
26	95er Chlorkalium, USA. (geölt)	95,7	—	—	0,1	0,1	3,5	60,7	60,6
27	95er Chlorkalium, Totes Meer	96,2	—	—	—	0,05	0,9	62,3	62,2
28	90er Sulfat, Frankreich	1,3	88,5	—	0,9% KHSO ₄	—	3,3	49,1	49,3
29	90er Sulfat, Polen	—	94,6	—	Spur	2,9	—	51,2	51,5
30	90er Sulfat, Staßfurt	2,4	89,2	0,1	5,0	0,7	0,5	49,6	49,7
31	Melasse-Kaliumsulfat	—	97,9	—	0,7 K ₂ CO ₃ /0,5 Na ₂ SO ₄	—	0,4	53,5	53,5
32	Kalimagnesia, Polen	—	36,5	Spur	50,4	8,0	2,7	19,8	19,6
33	Kalimagnesia, Hattorf	1,9	51,8	—	37,8	1,0	0,8	29,0	29,3
34	Kalimagnesia, Heiligenroda	4,7	45,2	—	30,3	15,0	0,5	27,6	27,8
35	Kalimagnesia, Staßfurt	1,9	52,4	—	30,7	5,0	0,4	29,4	29,6

10 g Düngesalz wurden in 20 cm³ HCl und 200 cm³ Wasser gelöst und auf 500 cm³ aufgefüllt. Von dieser Lösung werden 20 cm³ auf 250 cm³ verdünnt. In dieser Verdünnung, die in 100 cm³ 160 mg Salz enthielt, wurde der K₂O-Gehalt flammenphotometrisch bestimmt. Bestehen die Salze in der Hauptsache aus Chloriden, wird als Vergleichslösung ebenfalls das Chlorid genommen usw. In diesem Falle wird die in der reinen KCl-Vergleichslösung an 160 mg fehlende Salzmenge aus einer Lösung ergänzt, die aus

$\frac{1}{3}$ NH₄Cl und $\frac{2}{3}$ NaCl besteht. Ebenso wird eine entsprechende Menge Salzsäure zugegeben. In Kalisalzwerken wird man sich die Vergleichslösungen vorteilhaft aus den Standardmustern herstellen.

Tab. 4 bringt eine Gegenüberstellung der auf diese Weise ermittelten K-Werte mit der gravimetrischen Perchloratmethode. Ihre Übereinstimmung ist gut.

Eingeg. 30. Juli 1940. [A. 90.]

VERSAMMLUNGSBERICHTE

Deutsche Keramische Gesellschaft e. V.

Sächsische Bezirksgruppe. Sitzung in Meißen am 6. Juli 1940.

Vorsitzender: Dr.-Ing. H. Lehmann, Dresden.

Hauptthema:

Staub in der Industrie der Steine und Erden.

Dr. H. Lehmann, Dresden: *Allgemeiner Überblick.*

Jeder Kampf gegen Staub und Schmutz darf nicht mit der Frage beginnen: „Wie kann ich den Staub beseitigen“, sondern „Wie kann ich die Entstehung des Staubes verhindern“. Da dies durch technologisch bedingte Tatsachen nicht immer möglich ist, muß die weitere Fragestellung lauten: „Wie kann ich den Staub an der Stelle seiner Entstehung weitestgehend unschädlich machen“.

Sorgt man z. B. in Dreherei und Gießerei in der keramischen Industrie dafür, daß die feuchten Abfälle nicht erst am Fußboden zum Trocknen kommen und zertreten werden, so ist bereits eine große Staubquelle beseitigt. In der Natursteinindustrie kann man durch Benutzung von Hartmetallbohrschneiden die Entstehung eines größeren Bohrkleins bewirken und darüber hinaus noch den Bohrprozeß rationeller und wirtschaftlicher gestalten.

In der Zementindustrie ist die Frage der Staubbekämpfung und Staubbückgewinnung von größter wirtschaftlicher Bedeutung. Nach Angaben *Anselms*¹⁾ betrug der Staubabfall im Jahre 1938 bei einer Produktion von 15 Mill. t in der Zementindustrie 14% = 2,1 Mill. t. Von diesen 2,1 Mill. t wurden 1938 erst 1,6 Mill. t zurückgewonnen, während beim derzeitigen Stand der Technik annehmbar noch weitere 290 000 t zurückgewinnbar seien.

Neben der Entwicklung der technischen Hilfsmittel zur vorbildlichen Betriebsgestaltung, die noch keineswegs als abgeschlossen zu betrachten ist, ist eine individuelle und sorgfältige gesundheitliche Betreuung, wie sie nur durch das in der Entwicklung befindliche Betriebsarztwesen gewährleistet wird, für Staubbetriebe von entscheidender Bedeutung.

¹⁾ Zement 23, 15, 30 [1939].

Dipl.-Ing. Haß, Deutsches Forschungsinstitut für Steine und Erden, Köthen: *Erkennung und Bekämpfung des Staubes in der keramischen Industrie.*

Feinster Staub, der sich durch seine unbegrenzte Schwebefähigkeit dauernd in der Luft befindet, kann nur durch genaue Messungen ermittelt werden.

1. Beim gravimetrischen Verfahren saugt man eine gemessene Luftmenge durch ein dichtes Papierfilter, das vor und nach dem Versuch sorgfältig getrocknet und gewogen wird. Ein brauchbares Gerät ist von *Jötten*²⁾ gebaut worden. Als Maß für die Gefährlichkeit der Staublufte erhält man den Staubgehalt in mg/m³. 2. Das Konimeter der Firma Carl Zeiss, Jena, dient zur Messung kleiner Luftmengen (2,5 oder 5 cm³)³⁾. Der Staubgehalt der zu prüfenden Luftmenge, der in Teilchen/cm³ angegeben wird, wird an eine Glasplatte, die mit einer dünnen Klebstoffschicht bestrichen ist, abgegeben und mikroskopisch ausgezählt. Parallelmessungen sind nötig. Es eignet sich besonders gut für Serienmessungen. 3. Das Tyndallometer der Firma Leitz in Wetzlar ist ebenfalls für Reihenmessungen geeignet. Man benutzt die bekannte Erscheinung, daß ein Stäubchen, das von einem Lichtstrahl getroffen wird, aufleuchtet. Je größer der Staubgehalt der Luft ist, desto größer ist die Stärke des Aufleuchtens, und dies ist dann ein Maßstab für den Staubgehalt der Luft.

Das Deutsche Forschungsinstitut für Steine und Erden in Köthen hat 1939 und 1940 in sächsischen keramischen Betrieben eine große Anzahl Staubbmessungen durchgeführt; auf Grund der gewonnenen zahlenmäßigen Ergebnisse könnte man u. U. daran denken, eine sog. Staub-Kennzahl für Staubbetriebe zu schaffen.

Bei weiteren Versuchen des Forschungsinstitutes in Gemeinschaft mit der Firma Villeroy & Boch in Dresden wurden 3 verschiedene Spezialstaubsauger ausprobiert; Saugleistung und Aufnahmefähigkeit der großen und mittleren Typen sind durchaus ausreichend, auch über längere Zeiträume werden starke Belastungen ertragen, ohne daß die Saugkraft merklich nachläßt. Der Kraftverbrauch beträgt 2—7 PS.

Bei den Staubmasken beträgt der Wirkungsgrad der Hochleistungsfilter, die bei der in der Industrie der Steine und Erden üblichen Silicosegefahr nur in Frage kommen, praktisch fast 100%.

¹⁾ Bericht über die Arbeitstagung „Fragen der Entstehung und Verhütung der Silicose“, Bochum, 8.—10. Nov. 1934, S. 12.

²⁾ Vgl. Chem. Fabrik 7, 456 [1934], 10, 187 [1937].