

7,9 und $8,5\mu$ auf, sowie besonders das Auftreten der starken Bande bei $10,1\mu$ und die damit verbundene charakteristische Bandenverbreiterung in diesem Spektralbereiche. Eine genauere Auswertung der Spektren, besonders auch mit Berücksichtigung der Endgruppenfrage, wird später an einem umfangreicheren Versuchsmaterial erfolgen.

Das Ultrarotspektrometer wurde dem Institut aus Mitteln des *Marshall-Plans* zur Verfügung gestellt.

Über die Einwirkung von verdünnter Schwefelsäure auf magnetisiertes Eisen.

(Kurze Mitteilung.)

Von

G. Wagner.

Aus dem Institut für anorganische und analytische Chemie der Technischen Hochschule Wien.

(Eingelangt am 18. Jan. 1951. Vorgelegt in der Sitzung am 25. Jan. 1951.)

Auf Anregung von Herrn Prof. Dr. *F. Ehrenhaft*, der wegen widersprechender Resultate, die er selbst erhielt, und wegen widersprechender Resultate anderer Autoren bezüglich des abgeschiedenen Sauerstoffes bei der „Magnetolyse“ sich nicht sicher war, hat der Verfasser Untersuchungen über die Einwirkung von verdünnter Schwefelsäure auf magnetisiertes bzw. nicht magnetisiertes Eisen¹ durchgeführt; hierbei ergaben sich folgende Resultate: Bei Verwendung einer bestimmten Eisensorte (es war dies die gleiche Sorte, die von *F. Ehrenhaft* und Mitarbeitern bei ihren Versuchen verwendet wurde) als Polschuhmaterial war neben der durch Auflösung des Eisens in der Säure stöchiometrisch recht genau stimmenden Wasserstoffmenge stets etwas, im Mittel 0,05% Sauerstoff vorhanden. Waren die Eisenpolschuhe durch einen von außen angelegten sehr starken Alnicomagnet magnetisiert, so ergab sich neben dem durch die Zersetzung des Eisens mit der verdünnten Säure entstandenen Wasserstoff stets eine Sauerstoffmenge von im Mittel 0,4%. In keinem Falle konnte aber im Gegensatz zu den Versuchen von *F. Ehrenhaft* ein höherer Sauerstoffgehalt gefunden werden. Verfasser schlug in seiner ersten Mitteilung (loc. cit.) vor, daß, um diese so komplexen Fragen zu klären, Versuche mit *absolut sauerstofffreiem Eisen*, und zwar frei von Gasokklusionen und oxydischen Einschlüssen, gemacht werden müssen. Sowohl Herr Dr. *Blaha* vom I. Physikalischen Institut der Universität Wien (derzeit Leeds, England) als auch der Verfasser führten zwar Versuche unter Verwendung von spektralreinem Eisen als Polschuhmaterial aus (noch nicht veröffentlicht). Auch in diesen Fällen wurden im Mittel

¹ Mitt. chem. Forsch. Inst. 4, 29 (1950).

mit angelegtem Magnet etwas höhere Sauerstoffwerte gefunden. Da die erhaltenen Sauerstoffmengen (0,05 bis 0,1%) jedoch sehr hart an der Fehlergrenze der mit der verwendeten Apparatur erzielbaren Genauigkeit liegen und daher keinerlei Aussage erlauben, wählte der Verfasser für seine weiteren Versuche folgenden Weg: Von einer quantitativen gasabsorptiometrischen Bestimmung wurde Abstand genommen und für den Nachweis eines eventuell auftretenden Sauerstoffes eine kolorimetrische Reaktion, nämlich die Brenzkatechinferrosulfatreaktion^{2, 3}, gewählt. Diese Reaktion ist außerordentlich empfindlich und gestattet es noch, Sauerstoffmengen bis unter 0,001% im Wasserstoff kolorimetrisch zu erfassen. Als Polschuhmaterial wurde das gleiche Eisen, das Verfasser für seine erste Versuchsreihe verwendete¹ und das ihm Herr Prof. *Ehrenhaft* in dankenswerter Weise zur Verfügung stellte, in Anwendung gebracht. Die Polschuhe wurden, um den in oxydischen Einschlüssen oder okkludiert anwesenden Sauerstoff restlos zu entfernen, zuerst längere Zeit in reinstem Wasserstoff bei Unterdruck und dann im Hochvakuum — von außen mittels Hochfrequenz-Bombarders geheizt — ausgeglüht. Diese so vorbehandelten Polschuhe wurden analog der in¹ beschriebenen Weise der Zersetzung durch verdünnte Schwefelsäure unterworfen. Der erhaltene Wasserstoff wurde mittels der Brenzkatechinferrosulfatreaktion auf Sauerstoff geprüft. In allen Fällen (sechs Versuche) wurde weder mit noch ohne angelegten Magneten eine nachweisbare Sauerstoffmenge gefunden. Ein weiteres Polschuhpaar aus demselben Eisen wurde mit dem Ersuchen an die Firma „ELAK“, Wien, gesandt, es in der gleichen Weise im Hochvakuum zu behandeln, wie dies bei den Metallaufbauten großer Röntgenröhren usw. üblich ist, um sie sicher vollkommen gasfrei, damit auch sauerstofffrei, zu bekommen. Herrn Ing. *Binder* der genannten Firma sei an dieser Stelle für sein freundliches Entgegenkommen gedankt. Auch bei diesen Polschuhen konnte bei vier weiteren Versuchen sowohl mit als ohne angelegten Magneten keine Sauerstoffabscheidung nachgewiesen werden.

Eine interessante Beobachtung konnte bei allen Versuchen mit angelegten Magneten gemacht werden: Ohne angelegten Magneten folgen die sich am Eisen entwickelnden Wasserstoffbläschen den Gesetzen der Schwere und steigen senkrecht auf. Waren die Polschuhe magnetisiert, so führten die aller kleinsten, mit einer Lupe eben noch sichtbaren Gasbläschen schwache Wirbelbewegungen aus. Weiters scheint auch die Zeit, in der sich eine gewisse Wasserstoffmenge bei Angriff des Eisens durch die Säure entwickelt, im Mittel kürzer zu sein, wenn die Polschuhe magnetisiert sind. Aus den vorbeschriebenen Versuchsergebnissen geht wohl hervor,

² *K. Binder* und *R. F. Weinland*, Ber. dtsh. chem. Ges. **46**, 255 (1913).

³ *L. Moser*, Z. anorg. allg. Chem. **110**, 125 (1920).

daß die Existenz einer „chemical action“ im Sinne der *Ehrenhaftschen* „Magnetolyse“ bei diesen Versuchsreihen *nicht* festgestellt werden konnte.

Ein ausführlicher Bericht über die hier kurz beschriebenen Versuche und die apparative Anordnung folgt demnächst in dieser Zeitschrift.

Über die katalytischen Fähigkeiten von Sinterkörpern aus Eisen.

(Kurze Mitteilung.)

Von

G. F. Hüttig, L. Žagar und E. R. Honak.

Mit 1 Abbildung.

Aus dem Institut für Anorganische und Physikalische Chemie der Technischen Hochschule Graz.

(Eingelangt am 19. Dez. 1950. Vorgelegt in der Sitzung am 11. Jan. 1951.)

Bei allen Versuchen wurden stets 7 g des jeweils untersuchten Eisenpulvers in ein Porzellanschiffchen eingewogen und durch leichtes Klopfen gleichmäßig verteilt. Das Schiffchen wurde in die Mitte eines Porzellanrohres gebracht, das sich in einem elektrischen Ofen befand. Nachdem die Luft vollständig durch reinen, trockenen Wasserstoff ersetzt war, wurde das Schiffchen in etwa 60 Min. im Wasserstoffstrom auf eine Temperatur t_1 (= Sintertemperatur) gebracht und auf dieser Temperatur 2 Stdn. belassen. Hierauf wurde die Ofentemperatur so gesenkt, daß sie nach 90 Min. 460° C betrug. Bei dieser Temperatur wurde der Wasserstoffstrom abgeschaltet und statt dessen ein reiner, trockener Ammoniakstrom mit einer immer genau eingehaltenen Strömungsgeschwindigkeit von 1 l/Std. durch die Apparatur geleitet. Nachdem der Wasserstoff vollständig verdrängt war, wurde in den abziehenden Gasen der in Wasserstoff und Stickstoff zersetzte Anteil des Ammoniaks durch geeichte Strömungsmesser bestimmt und durch direkte gasanalytische Methoden kontrolliert. Nach etwa 30 Min. wurde diese Temperatur t_2 (= Katalysentemperatur) wiederum auf eine konstante, aber um etwa 40° C höher liegende Temperatur gebracht und die Messung der katalytischen Wirkung wiederholt. In dieser Weise wurde eine stufenweise Steigerung der Katalysentemperatur bis etwa 600° C und daraufhin wieder in der gleichen Weise eine stufenweise Senkung durchgeführt, womit die betreffende Versuchsreihe abgeschlossen war. Die bei einer bestimmten Temperatur im Temperaturanstieg beobachtete katalytische Wirkung war stets derjenigen im Temperaturabfall beobachteten gleich. Für jedes der beiden untersuchten Präparate wurden drei solche Versuchsreihen durchgeführt, welche sich untereinander nur durch die Sintertemperatur t_1 unterschieden; es wurde $t_1 = 700$ bzw. 800 bzw. 900 ° C eingehalten. Die für die Untersuchungen als Ausgangsstoff verwendeten Eisenpulver waren a) ein Hametageisenpulver vom Metallwerk Plansee und b) ein nickelfreies Carbonyleisenpulver mit 0,05% Kohlenstoff.

Die katalytische Wirksamkeit der Eisenpulver gegenüber der Reaktion $2 \text{NH}_3 \rightarrow \text{N}_2 + 3 \text{H}_2$ kann in ihrer Abhängigkeit von der Herstellung und Vorgeschichte der Pulver sowie der Sinter- und Kata-