

Die erhaltenen Resultate waren nun folgende:

**Brenzkatechin:**

- 0,2 g Brenzkatechin + 150 ccm 9-proz. NaOH nahmen 49,8 ccm Sauerstoff von  $O^0$  und 760 mm Druck auf.
- 0,2 g Brenzkatechin + 150 ccm 4,5-proz. Natronlauge nahmen 54 ccm Sauerstoff auf.
- 0,2 g Brenzkatechin + 150 ccm 1-proz. Natronlauge nahmen 48,5 ccm Sauerstoff auf.

**Hydrochinon:**

- 0,2 g Hydrochinon + 150 ccm 9-proz. Natronlauge nahmen 115,0 ccm Sauerstoff auf.
- 0,2 g Hydrochinon + 150 ccm 4,5-proz. Natronlauge nahmen 121 ccm Sauerstoff auf.
- 0,2 g Hydrochinon + 150 ccm 1-proz. Natronlauge nahmen 98,2 ccm Sauerstoff auf.

**Pyrogallol:**

- 0,2 g Pyrogallol + 150 ccm 9-proz. Natronlauge nahmen 38,6 ccm Sauerstoff auf.
- 0,2 g Pyrogallol + 150 ccm 4,5-proz. Natronlauge nahmen 38,5 ccm Sauerstoff auf.
- 0,2 g Pyrogallol + 150 ccm 2,25-proz. Natronlauge nahmen 52,6 ccm Sauerstoff auf.
- 0,2 g Pyrogallol + 150 ccm 1-proz. Natronlauge ergab bei vier verschiedenen Versuchen die Werte:

54,4	ccm Sauerstoff
52,4	- -
55,6	- -
53,5	- -

im Mittel also 53,2 ccm Sauerstoff.

- 0,2 g Pyrogallol + 150 ccm 0,5-proz. Natronlauge nahmen 52,0 ccm auf.

**Gallussäure:**

- 0,2 g + 150 ccm 4,5-proz. Natronlauge nahmen 62,9 ccm auf.
- 0,2 g Gallussäure + 150 ccm 2-proz. Natronlauge nahmen 42,4 ccm Sauerstoff auf.
- 0,2 g Gallussäure + 150 ccm 1-proz. Natronlauge nahmen 50,6 ccm Sauerstoff auf.

Betrachten wir die erhaltenen Resultate näher, so zeigt sich, daß beim Brenzkatechin der Einfluß der Konzentration der Natronlauge für die Gesamtaufnahme an Sauerstoff ein geringer ist. Beim Hydrochinon ist die Aufnahme am größten bei Anwendung einer 4,5-proz. Natronlauge, dagegen beim Pyro-

gallol bei einer Konzentration von 0,5 bis 2,25-proz. NaOH. Bei der Gallussäure ist die Absorption am größten bei der 4,5-proz. Natronlauge, fällt bei der 2-proz. und steigt wieder etwas an bei der 1-proz. Natronlauge.

Während bei dem Brenzkatechin die absorbierte Sauerstoffmenge etwa der doppelten entspricht, welche für die Wegnahme von zwei Wasserstoffatomen, also der Chinonbildung entspricht, ist dieser Betrag bei dem Hydrochinon im Maximum etwa sechsmal so groß, sodaß also hierbei Chinon höchstens als intermedäres Produkt auftreten könnte.

Als das am meisten Sauerstoff absorbiende Reagens erweist sich also Hydrochinon, es folgt dann Gallussäure, hierauf Brenzkatechin und Pyrogallol. Es möchte deshalb wohl von einem Vorteil sein, bei der Gasanalyse das Pyrogallol durch Gallussäure zu ersetzen, wenn eben nicht die Maximalkonzentration der Natronlauge für Gallussäure bei 4,5 Proz. und für Pyrogallol bei ca. 1 Proz. liegen würde. Hierdurch wird man jedoch veranlaßt, lieber letzteres als Absorptionsmittel zu wählen wegen der geringeren Konzentration der Natronlauge.

Als Endresultat ergeben auch diese Versuche, daß die Reaktionsfähigkeit der Natronlauge von ihrer Konzentration in hohem Grade abhängig ist und demgemäß Hydrat- oder Komplexbildung eine große Rolle bei diesen Reaktionen spielen müssen.

**Keramische Meß- und Bestimmungsmethoden.**

(Fünfte Mitteilung über den Ton von St. Louis.)

Von Dr. Otto Mühlhaeuser.

Im folgenden teile ich einige Meß- und Bestimmungsmethoden mit, welche ich mir für meine eigenen Zwecke ausgearbeitet habe. Da dieselben in meinen Untersuchungen Anwendung fanden und bei Arbeiten, welche ähnliche Ziele verfolgen, auch andern von Nutzen sein möchten, so nehme ich Veranlassung, dieselben eingehender zu beschreiben.

**I. Mechanische Analyse der Chamottesande.**

Um Aufschluß über die Zusammensetzung eines Chamottesandes zu erlangen, kann man in der Weise verfahren, daß man eine bestimmte Menge desselben mittels einer Anzahl Siebe aus Messingdraht in Klassen trennt, letztere wiegt und das erhaltene Resultat in Gewichtsprozenten zum Ausdruck bringt. Man gelangt so zu Zahlen, die man

zu Vergleichen benutzen kann. Beispielsweise kann man sich durch die mechanische Analyse Aufschluß verschaffen über die Zusammensetzung eines Sandhaufens, über die Wirkungsweise eines Zerkleinerungsapparats, über den Zustand eines im Betriebe in Gebrauch stehenden Trommelsiebes u. dgl. mehr.

Ich bediene mich zur Ausführung dergleichen Arbeiten kleiner in Messingrahmen gefaßter Handsiebe von ca. 25 cm Durchmesser in folgenden Nummern: 6, 8, 10, 14, 18, 20, 40, 60, 80 und 100. Die Siebgewebe sind bekanntlich mit der Nummer bezeichnet, welche der Anzahl Drähte auf 1 Zoll entspricht. Mit derselben Nummer bezeichnet man auch die, das betreffende Sieb passierende Sandklasse, welche aber durch das nächste Sieb nicht mehr hindurchfallen darf, sondern davon zurückgehalten wird. Die Klasse 10 stellt z. B. einen Sand dar, welcher das Sieb No. 10 passiert und auf Sieb No. 14 liegen bleibt.

Will man bei der Analyse gute Resultate erhalten, so ist verschiedenes zu beachten. Zunächst hat man bei der Auswahl der Siebe vorsichtig zu sein und soll vor allem Siebe mit Verzerrungen und Verschiebungen der Drähte nicht verwenden, weil dadurch ungleiche Maschen entstehen, was sich insofern geltend machen würde, als mehr Feines das Sieb passierte, als eigentlich soll, und daher das Resultat qualitativ wie quantitativ beeinflußt würde. Ferner hat man beim Absieben darauf zu achten, daß man stets unter denselben Bedingungen arbeitet. Man halte das Sieb horizontal, denn Sandkörner, welche bei horizontaler Lage des Gewebes durch die Maschen hindurchfallen, gleiten bei geneigter Stellung desselben darüber hinweg, mit den Folgen, daß mehr Feines auf dem Siebe verbleibt als darf. Außerdem gebe man dem Siebe Stöße von ungefähr gleicher Intensität, keine zu kurzen und keine zu sanften und halte beim Absieben eine bestimmte Zeit ein. Bei Anstellung vergleichender Versuche ist eben, wie erwähnt, das Hauptgewicht auf möglichst gleichmäßiges Arbeiten zu legen.

Die einem Haufen oder einer fortlaufenden Operation entnommenen Proben mischt man zunächst auf einem mit Brettern belegten Boden oder bei geringeren Mengen auf einem Tisch vollständig durch. Dann verkleinert man das Haufwerk durch fortgesetzte Verteilung und darauf folgende Durchmischung bis auf ein Gewicht von  $\frac{1}{2}$ —1 kg. Diese Durchschnittsprobe teilt man mit den Sieben in die entsprechenden Klassen ein, bestimmt deren Gewicht und drückt letzteres in Prozenten aus...

Ein auf einem Kollergange aus gebranntem Ton ermahnter Chamottesand, in obiger Weise klassifiziert, hatte z. B. die folgende Zusammensetzung:

Klasse No.	Gewicht g	Prozente
8	6,10	1,22
10	61,00	12,20
14	80,45	16,09
18	28,80	5,76
20	153,15	30,63
40	56,85	11,37
60	22,75	4,55
80	13,35	2,67
100	75,15	15,03
	497,60	99,52

Bestimmt man von dieser Probe das Raumgewicht\*) (schnelle Methode), so findet man, daß 100 g Sand einen Raum von 66,3 ccm einnehmen.

Bekanntlich benutzt man in der keramischen Technik außer den Kollergängen noch andere Vorrichtungen zur Zerkleinerung der gebrannten Tone, so die Kugelmühlen, die Kegel- und Backenbrecher u. s. w. Den Kollergängen und Kugelmühlen schreibt man auf Grund ihrer Wirkungsweise ein mehreichereres Produkt zu, als dem Kegel- und Backenbrecher, welche weniger mehreiche Sande erzeugen. Es wäre interessant, die aus den verschiedenen Zerkleinerungsvorrichtungen hervorgehenden Chamottesande — nach einheitlicher Methode — etwa in der oben mitgeteilten Weise zu analysieren und einem Vergleiche zu unterziehen. Man würde dadurch einen Einblick in die Zusammensetzung und die Dichtigkeit der Produkte bez. in die qualitative Leistung der einzelnen Mahlsysteme erhalten.

## II. Methoden zur Bestimmung des Raumgewichts der Chamottesande.

Die Herstellung einer gleichmäßigen Mischung aus Körnern verschiedener Größe und das Messen derselben ist namentlich darum schwierig, weil bei den Manipulationen, die wir beim Mischen und nachher beim Messen ausführen, sich allzu leicht das Grobe vom Feinen trennt. Diese Sonderung findet statt, weil beim Gleiten über eine schiefe Ebene oder beim freien Fall das größere Korn den Reibungs- bez. auch den Luftwiderstand leichter zu überwinden vermag, als das feine Korn, und weil bei Erschütterungen oder bei anhaltendem Umrühren der Masse sich Grobes und Feines in der Art sondern, daß das Feine nach unten geht. Man kann daher die Körner nicht etwa durch

\*) Siehe weiter unten.

längerem Umrühren mischen. Versucht man aber, die Masse auf einem Bogen Papier durch Hin- und Herbewegen desselben zu mengen, so wird das Verrollen so augenscheinlich, daß man den Versuch<sup>1)</sup> bald aufgibt.

Trotzdem lassen sich die Körner homogen mengen und kann das beispielsweise wie folgt geschehen. Man bringt die zu mischenden Klassen in eine Schale und läßt sie aus dieser in eine gleich große zweite Schale einfallen, während man letzteren auf einer Unterlage in drehende Bewegung versetzt. Durch mehrmaliges Wiederholen dieser Manipulation bekommt man eine Mischung, die genügend homogen ist. Die Überführung ins Maßgefäß ist wiederum mit Schwierigkeiten verbunden. Es liegt nahe, zu versuchen, die Mischung auf ein Stück Papier zu werfen und sie von dort aus in einen Meßzyylinder einlaufen zu lassen. Tut man das, so tritt Verrollen ein, das Grobe macht sich auf die eine Seite des Zylinders, das Feine auf die andere und die Ablesungen weichen unter sich allzusehr von einander ab. Ähnliche Unterschiede beobachtet man, wenn die Körner etwa mit der Hand ins Maßgefäß eingeschöpft werden. Dagegen gelingt die Überführung gut und ohne daß eine nachteilige Entmischungserscheinung eintreten wird, wenn man die, wie oben beschrieben dargestellte Mischung in einen mit einem langstieligen Stopfen versehenen Trichter eingießt und daraus ins Maßgefäß ablaufen läßt.

Beim Messen selbst hat man die Wahl, ob man das ganze Korngemisch oder einen aliquoten Teil desselben messen will. Im erstenen Falle mißt man in einem Glaszyylinder, der ein größeres Volum fassen kann, als die abgewogene Mischung einnimmt. Im anderen Falle mißt man auf Abstrich und läßt einen Teil der Mischung in einen Zylinder ablaufen, dessen Maß feststeht, z. B. 100 ccm nach Abstrich beträgt; im einen Fall geht man von einem bestimmten Gewichte aus und mißt dessen Volum, im anderen Falle bestimmt man das Gewicht eines gegebenen Volums. Der erstenen Methode gebe ich den Vorzug. Sie wird von mir in folgender Weise ausgeführt.

Man wiegt die zu mengenden Kornklassen ab, vereinigt die Gewichte in einer Porzellanschale von ca. 20 cm Durchmesser, röhrt mit dem Finger die Gemengteile so gut es geht durch und sorgt für die weitere Homogeni-

<sup>1)</sup> Um in dieser Beziehung das Verhalten der Klassen äußerlich sichtbar zu machen, färbt man dieselben mit verschiedenen Farbstoffen, indem man die einzelnen Klassen auf dem Dampfbade mit der Farblösung zusammenführt und trocknet. Eosin, Malachitgrün u. s. w. eignen sich dazu sehr gut.

sierung, indem man den Schaleninhalt in eine andere Schale von gleich großem Raum nach und nach einfallen läßt. Um eine innige Mischung zu erzielen, versetzt man die Schale, in welche man eingießt, mit der linken Hand in drehende Bewegung, während man gleichzeitig aus der anderen Schale das Körnergemisch — indem man die Hand hin und her bewegt — rückweise in Portionen einschüttet. Es wird so der Inhalt der einen Schale in eine Anzahl Teile zerlegt, die man sich senkrecht zur Schale aufgeteilt denken kann, und indem man die untere Schale rasch dreht, wird jeder einzelne dieser Abschnitte nach dem Absturz über dem vorhergehenden ausgebrettet. Es kommt Anteil auf Anteil bez. Schichte auf Schichte zu liegen. Da man aus geringer Höhe schüttet, so findet ein Verrollen kaum statt, und da man die Manipulation 6 mal wiederholt, so erhält man bei einiger Übung eine den Bedürfnissen und dem Zwecke der Methode entsprechend genügend homogene Kornmischung. Nach dem Mischen stürzt man die Mischung in einen Trichter (Fig. 1), welcher mit einem Gummistopfen, in dem sich ein Glasstab als Stiel befindet, abgeschlossen ist. Man schüttet den Schaleninhalt auf einmal in den Trichter, um eine Separation zu vermeiden. Dicht unter dem Trichter — gerade soweit davon entfernt, daß man das Maßgefäß noch dazwischen schieben kann — steht ein Zylinder aus Glas mit Kubikzentimeterteilung.

Der Trichter hat zweckmäßig folgende Dimensionen:

Durchmesser . . . . .	150 mm
Seite . . . . .	150 -

Trichterstutzen:

Durchmesser . . . . .	18 mm
Höhe . . . . .	36 -

Das Maßgefäß kann folgende Abmessungen haben: Durchmesser 28 mm, Höhe 300 mm. Die Teilung ist am besten bis 135 ccm durchgeführt. Ich habe zu meinen Messungen einen Zylinder von 100 ccm Inhalt<sup>2)</sup> verwendet.

<sup>2)</sup> Ist der Zylinder nur auf 100 ccm, statt auf 135 ccm eingeteilt, so kann es beim Mischen zweier Klassen vorkommen, daß die Sandmischung die

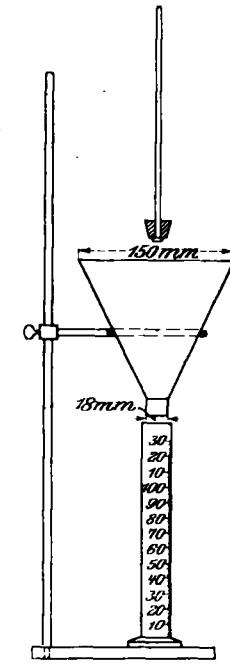


Fig. 1.

Die Aufstellung des Apparates ist aus der Figur ersichtlich.

Will man die Kornmischung zur Messung bringen, so zieht man entweder den Stopfen rasch mittels des Glasstabes ganz aus der Masse heraus und fällt dann der Sand in kürzester Zeit in den Zylinder (schnelle Methode), oder aber man läuftet den Stopfen nur wenig, setzt ihn in drehende Bewegung und läßt das Korngemisch portionenweise ablaufen. Indem man die Drehung in regelmäßigen Tempo ausführt, gelingt es, Anteil auf Anteil gleichmäßig in den Zylinder fallen zu lassen (langsame Methode).

Bei der „schnellen Methode“, welche nur wenig Zeit in Anspruch nimmt, haben die abstürzenden Körner keine Zeit zum Umfallen. Der Gleichgewichtszustand stellt sich rasch her, es türmt sich Korn auf Korn, ohne daß die Körner Zeit haben, von einander herabzufallen und sich in die dichteste Lage zu stellen, man erhält daher ein loses Gefüge mit viel Luftraum zwischen den Körnern.

Bei der „langsam“en Methode“ dagegen gelangen die einfallenden Teile zur vollkommenen Ruhe, ehe andere nachfallen. Die Körner nehmen daher eine dichtere Lage ein, weil die kleineren Sandkörner Zeit haben, in die Zwischenräume, welche die größeren Sandkörner bilden, zu rollen und sie tunlichst auszufüllen. Man bekommt ein dichteres Gefüge und darum auch ein geringeres Volum, als bei der „schnellen Methode“.

Ist die Masse abgelaufen, so ebnet man die Oberfläche der Körner mit einem passenden Haarpinsel und liest ab, hütet sich aber, den Glaszyliner anzustoßen oder sonst zu erschüttern.

Was den inneren Wert der beiden Methoden anbetrifft, so verdient die „schnelle Methode“ vor der „langsam“en den Vorzug, weil bei letzterer infolge des Umdrehens des Stopfens in manchen Fällen Entmischung eintreten kann, indem das Feine sich vom Größeren separiert und das Bestreben hat, erst durchzufallen. Dies wird namentlich dann der Fall sein, wenn sehr viele grobe Körner mit wenigen feinen zusammengemischt sind oder ganz feine mit ganz groben, ohne die dazwischen liegenden Größen.

Die Tabelle illustriert an einem Beispiel das Mitgeteilte. Man ersieht daraus, welchen Einfluß auf das Resultat es hat, wenn man die „schnelle“ oder die „langsame“ Methode anwendet, was vorgeht, wenn man die Körner

100 ccm-Marke erreicht, ehe man die dichteste Zusammensetzung hergestellt hat. Man muß dann die Zusammensetzung der Mischung in Prozenten ausrechnen, die letzteren in g abwiegen und mit 100 g die weitere Abtönung fortführen.

aus einem Bogen Papier, statt aus dem Trichter einlaufen läßt oder das Meßgefäß vor dem Ablesen erschüttert bez. aufstößt.

Die Mischung, welche zu diesen Versuchen verwendet wurde, bestand aus den in einem beliebigen Verhältnisse gemischten Klassen No. 6, 14 und 40. 100 g Mischung gaben in Kubikzentimetern:

Messung	1	2	3	4	5	Mittel
Schnelle Methode .	74,5	74,5	74,0	74,0	74,5	74,3
Langsame Methode	71,0	70,5	70,5	70,5	70,5	70,5
Einlauf aus Papier	76,5	78,0	78,0	77,5	76,0	
Ablesung nach einer verschiedenen An- zahl von Stößen .	74,0	70,0	69,0	69,0	68,0	
Zahl der Stöße .	(20)	(40)	(60)	(80)	(100)	

Wie man sieht, liefern die „schnelle“ wie die „langsame“ Methode Werte, die unter sich recht gut übereinstimmen. Welche Methode man aber auch anwende, erste Bedingung ist, stets unter genau denselben Verhältnissen zu arbeiten. Tut man das und nimmt man — je nach der Genauigkeit, die man anstrebt — die Mittelwerte von 5 oder 10 Versuchen, so erhält man sehr gute Resultate.

Die Bestimmung des Raumgewichts der individuellen Klassen gestaltet sich insfern einfacher, als dabei das Mischen der Körner — da sie alle gleich groß sind — wegfällt.

Unter Raumgewicht versteht man bekanntlich das Gewicht der Raumeinheit einschließlich der Hohlräume. Ist also das Gewicht  $= G$  und bedeutet  $V$  das Volum desselben plus den Hohlräumen, so ist  $\frac{G}{V} =$  dem Raumgewicht. Will man umgekehrt das Verhältnis  $\frac{V}{G}$  zum Ausdruck bringen, so hat man dafür eine andere Bezeichnung zu wählen. Da ich bei meinen Messungen das Verhältnis von  $V:G$  zu ermitteln suche und stets von 100 g Substanz ausgehe, so ziehe ich — um Umrechnungen zu ersparen — vor, die erhaltenen Resultate in dieser Form zu vergleichen heranzuziehen und den Ausdruck „Gewichtsraum“ für das Verhältnis  $\frac{V}{G}$  zu gebrauchen. Unter Gewichtsraum verstehe ich also den auf die Gewichtseinheit bezogenen Raum, im folgenden stets das Volum von 100 g der (nach der „schnellen“ oder „langsam“en Methode geschichteten) Substanz.

### III. Ermittlung der Zusammensetzung von Massen.

Die Ermittlung der Zusammensetzung einer aus Ton und Chamottesand bestehenden

Masse ist dann möglich, wenn man die Zusammensetzung des Tons kennt, welcher zur Massenbereitung gedient hat. Besteht letzterer aus annähernd reiner Tonsubstanz ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) oder sind die der letzteren beigemischten Mineraltrümmer so fein, daß sie sich beim Schlämmen von der Tonsubstanz nicht abtrennen lassen, so kann man außerdem die Zusammensetzung des Chamottesandes — der Korngröße nach — erfahren.

Behufs Analyse wird die Masse, deren Zusammensetzung ermittelt werden soll, in heißem Wasser aufgeweicht und auf Sieb No. 100 so lange mit destilliertem Wasser ausgewaschen, bis sich kein Ton mehr durchwaschen läßt und das Wasser vollkommen klar abläuft. Dann trocknet man den Siebrückstand und dampft den durch das Sieb hindurchgegangenen Schlamm ebenfalls zur Trocknis ein.

Den Siebrückstand teilt man mit den in Frage kommenden Sieben in Klassen ein und trocknet letztere vollständig mit der Klasse 100, bez. — da letztere als Ganzes zum Trocknen zu lange Zeit in Anspruch nehmen würde — mit einem aliquoten Teile derselben, im Trockenschrank bei  $120^\circ\text{C}$ . Die die einzelnen Sandklassen enthaltenden Tiegelchen läßt man im Exsikkator erkalten, bestimmt das Gewicht vor und nach dem Glühen bei Rotglut und erfährt so den Glühverlust der einzelnen Klassen.

Da man den Glühverlust des Tones, der zur Massenbereitung gedient hat, ebenfalls kennt, so kann man berechnen, wie viel Ton die einzelnen Klassen beigemengt enthalten, resp. wie viel den einzelnen Korngrößen davon noch anhängt. Indem man die so ermittelte Menge Ton vom Gewichte der betreffenden Klasse abzieht, erfährt man das Gewicht der Chamotte.

Ich habe in dieser Weise die Zusammensetzung einer Masse ermittelt, welche aus 44 Proz. Ton und 56 Proz. Chamottesand zusammengesetzt worden war. Die Chamotte war aus demselben Ton, der nachher als Bindeton verwendet wurde, erbrannt worden. Der Ton<sup>3)</sup> selbst bestand aus 91,69 Proz. Tonsubstanz und 8,31 Proz. Mineraltrümmer, enthielt aber letztere zum allergrößten Teil in feiner Verteilung. Der Glühverlust des Ton betrug 12,90 Proz.

In folgender Tabelle sind die Resultate einer derartig durchgeführten mechanischen Analyse mitgeteilt.

<sup>3)</sup> Vergl. O. Mühlhäuser, Zeitschrift f. angewandte Chemie 1903, S. 149.

Klasse	Ge- wicht	Glüh- Verlust	Entspricht einem Tongehalt von	Chamotte- Sand- Gewicht	Chamotte- Sand Proz.	Gramm	
						Gramm	Proz.
8	6,25	0,018	0,139	6,111	0,77		
10	48,55	0,253	1,961	46,589	5,86		
14	116,55	0,622	4,822	111,728	14,04		
18	54,30	0,323	2,504	51,796	6,51		
20	230,85	1,801	13,961	216,889	27,26		
40	95,25	0,682	5,287	89,963	11,29		
60	44,70	0,309	2,395	42,305	5,32		
80	30,25	0,246	1,907	28,343	3,56		
100	820,57	79,807	618,658	201,912	25,38		
			651,634	795,636			
				= 45,02	= 54,97		
				Proz.	Proz.		

Auf Grund der Analyse besteht die Masse aus:

45,02 Proz. Ton und  
54,97 - Chamotte-Sand.

Wie oben erwähnt wurde, ist die Masse durch Vermischen von 44 Proz. Ton mit 56 Proz. Sand zusammengesetzt worden. Das Analysenresultat stimmt also gut mit der tatsächlichen Zusammensetzung überein.

Unter Umständen mag diese Arbeitsmethode recht gute Dienste leisten und Einblick in die Zusammensetzung von Massen gestatten, wie man ihn anders nicht bekommen kann.

#### IV. Einfache Methode zur Bestimmung der Durchlässigkeit von Scherben.

Neben dem Widerstand, den ein feuerfester Scherben dem Feuer und den mechanischen Einflüssen gegenüber darbietet soll, entscheidet auch öfter der Widerstand, den das Material dem Eindringen von Dämpfen und feurigen Flüssen entgegenseetzt, über den Wert eines feuerfesten Produktes. In der Zink- und Glasindustrie namentlich herrscht vielfach das Bestreben der Herstellung möglichst dichter Gefäße, um einerseits der Zerstörung des Scherbens durch eindringende alkalische Schmelzen möglichst vorzubeugen, anderseits den Zinkdämpfen tunlichst den Austritt durch die Gefäßwand<sup>4)</sup> hindurch zu verhindern.

Bekanntlich findet man in der Tertiär- und Kreideformation häufig Tone von hervorragenden Qualitäten, die neben großer Feuerfestigkeit, Plastizität und Bindevermögen die charakteristische Eigenschaft besitzen, schon bei sehr niederer Temperatur dicht zu brennen. Seger machte zum ersten Male auf diese Tatsache aufmerksam. Später hat dann namentlich Hecht<sup>5)</sup> eine Reihe von Tonen, welche

<sup>4)</sup> Vergl. O. Mühlhäuser, Zeitschrift f. angewandte Chemie 1903, S. 273.

<sup>5)</sup> Thon-Industrie-Zeitung 1891, S. 293.

die Eigenschaft der Frühdichtbrennbarkeit besitzen, einer vergleichenden Untersuchung unterworfen. Cramer<sup>6)</sup> hat über Versuche in derselben Richtung berichtet und auch mitgeteilt, daß derartige Tone zum Bau von Glasschmelzöfen, Wannen und Häfen verwendet würden, da sich damit ein Scherben herstellen lasse, der bei niedriger Temperatur dicht brenne und daher den auflösenden Wirkungen des Glassatzes widerstehe. Seitdem hat Cramer solche frühdichtbrennbaren Tone zur Verwendung in der Glasindustrie und aus den oben dargelegten Gründen auch für die Herstellung von Zinkretorten empfohlen.

Aus dem Gesagten geht zur Genüge hervor, wie wichtig es unter Umständen, namentlich im Hinblick auf die Herstellung von Gefäßen für die genannten Industrien sein mag, eine schnelle und einfache Methode zu besitzen, welche die Prüfung des Scherbens auf Durchlässigkeit gestattet. Am besten wäre es zweifellos, wenn man, in Nachahmung der Verhältnisse im großen, diese Proben im Laboratorium durchführen könnte. Da das aber gänzlich ausgeschlossen erscheint, so bediene ich mich zur Bestimmung der Durchlässigkeit des Wassers und ermittele die Zeit innerhalb welcher das Wasser den in parallelepipedische Form gebrachten Scherben — den Stein — von unten bis oben durchdringt.

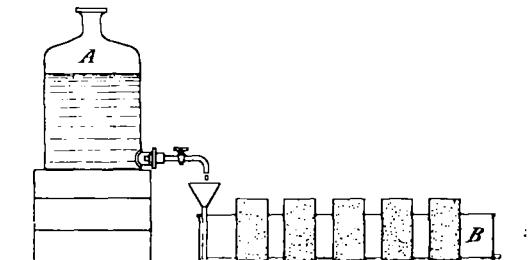


Fig. 2.

Zur Bestimmung der Durchlässigkeit bez. der Kapillarität für Wasser benutze ich den in der Abbildung dargestellten kleinen Apparat (Fig. 2). Bei der Anstellung von Versuchen füllt man zunächst den horizontal gestellten Blechkasten B bis zum Ablauf — 1 cm hoch — mit Wasser, läßt Wasser<sup>7)</sup> aus A zufüßen und setzt nun, unter gleichzeitiger Ablesung der Uhr (stop watch), sämtliche der zu prüfenden Steinchen in den Kasten und bestimmt die Zeit, welche die einzelnen Steinchen gebrauchen, um sich mit Wasser vollzusaugen. Auf kleine Unterschiede im Querschnitt und in der Höhe

<sup>6)</sup> Thon-Industrie-Zeitung 1897, S. 47.

<sup>7)</sup> Etwas mehr, als die in den Kasten eingesetzten Steine ansaugen.

der Versuchsstücke nehme ich keine Rücksicht, da diese Differenzen — wenn man immer die nämliche Form nimmt und dasselbe Gewicht formrechter Masse<sup>8)</sup> verarbeitet — keine allzugroßen sind und bei der Genauigkeit, die man von einer derartigen Methode verlangt, keine Rolle spielen.

Man kann in der beschriebenen Weise die Durchlässigkeit von Scherben — namentlich, wenn dieselben nicht oder nur schwach gefärbt sind — ziemlich genau bestimmen. Bei stark gefärbten Scherben läßt uns die Methode im Stich und muß man in diesem Falle schon zu besonderen Mitteln greifen, um das Ende des Versuchs, den Augenblick, in welchem das Wasser die obere Seite vollständig benetzt hat, deutlich zu erkennen.

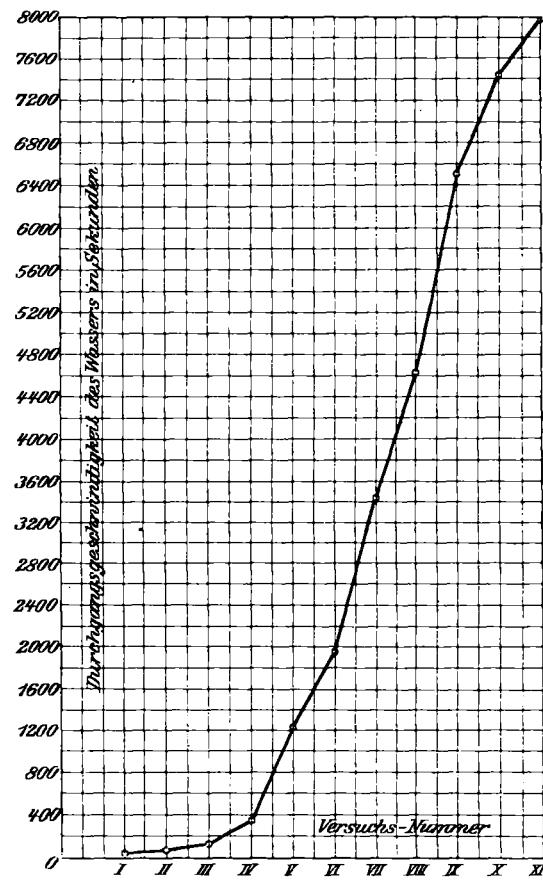


Fig. 3.

Wie außerordentlich die Durchlässigkeit, selbst an Steinen, welche aus demselben Material hergestellt sind und welche Bindeton und Chamottesand in denselben Mengen (1 : 1) enthalten, variieren kann, zeigt folgende in der Tabelle (Fig. 3) und in Fig. 4 zur Darstellung gebrachte Versuchsreihe, bei wel-

<sup>8)</sup> Man macht 100 g-Steine.

cher die einzelnen, bei Segerkegel 0,14 erbrannten Steine sich nur dadurch unterscheiden, daß in denselben der Chamottesand in wechselndem Gewichtsverhältnis zweier Klassen zur Anwendung gebracht wurde:

Versuchs- nummer	Durchgangs- geschwindigkeit des Wassers Sekunden	Zusammensetzung des Chamotte-Sandes	
		Klasse No. 100	Klasse No. 6
		Proz.	
I	31	0	100
II	50	10	90
III	117	20	80
IV	340	30	70
V	1205	40	60
VI	1950	50	50
VII	3415	60	40
VIII	4610	70	30
IX	6500	80	20
X	7440	90	10
XI	7960	100	0

Wenn nun auch die beschriebene Bestimmungsweise für die Durchlässigkeit eines Scherbens, namentlich bei zunehmender Feinheit der Chamotte keineswegs absolut genaue Resultate gibt und kein getreues Bild der Durchgangsvorgänge im großen darstellt, so erlaubt uns die Methode doch wichtige Einblicke in die Natur eines Scherbens zu tun und dessen Struktur zu erforschen. Man kann an der Hand dieser Meßmethode die verschiedensten Abänderungen in der Zusammensetzung der Masse vornehmen und am gebrannten Steine den Effekt der Abänderungen Schritt für Schritt messend verfolgen.

#### V. Prüfung der Retorten auf Durchlässigkeit.

Da mir s. Z. die Aufgabe zufiel, eine Methode aufzufinden und auszuarbeiten, welche die Prüfung von Retorten<sup>9)</sup> auf Durchlässigkeit für Gase gestattet, und eine solche Prüfungsmethode unter Umständen wertvoll sein kann, so teile ich im folgenden mit, wie man derartige Prüfungen vornehmen kann. Die Methode gestattet fehlerhafte Retorten zu entdecken. Auch kann man damit den Einfluß ermitteln, welchen Abänderungen hervorrufen, die man in der Zusammensetzung der Massen vornimmt.

Behufs Prüfung stellt man das Gefäß aufrecht in eine mit Quecksilber gefüllte eiserne Wanne, preßt eine bestimmte Menge Luft in die Retorte und ermittelt die Zeit, welche die Luft zum Ausfließen durch die Poren des Gefäßes braucht, indem man nach dem Einpumpen der Luft den Druck innerhalb der Retorte feststellt und beobachtet, wie lange es dauert, bis innerhalb der Retorte wieder Atmosphärendruck herrscht (s. Fig. 4).

<sup>9)</sup> Vergl. O. Mühlhäuser, Zeitschrift f. angewandte Chemie 1903, S. 275.

Ich pflege die Prüfung der Retorten derart auszuführen, daß ich nach dem Einpumpen der Luft die Zeit erst in dem Augenblicke ablese, wenn der Druck im Innern auf 460 mm zurückgegangen ist. Nach Verlauf von 2 Minuten lese ich wieder ab und ist mir dann die Differenz beider Ablesungen — der Druckfall innerhalb zweier Minuten — das Maß für die Dichtigkeit einer Retorte. Je größer diese Differenz ist, d. h. je schneller die Luft aus dem Gefäß entweicht, desto poröser bez. undichter ist dasselbe und umgekehrt.

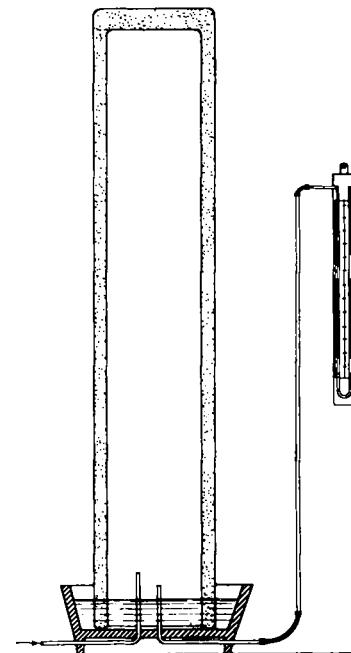


Fig. 4.

Da die Retorten alle gleich groß sind, das Niveau des Quecksilbers bei allen Versuchen dasselbe ist und man daher in allen Fällen gleiche Lufträume abschließt, so bekommt man recht gute Resultate und ist es möglich, an den nach dem Betriebe abgehenden Retorten eventuell Schäden wie kleine Risse oder sonstige hervorragend undichte Stellen auszufinden und derartige unvollkommene Retorten von den gesunden zu trennen.

In umstehender Tabelle sind die an einer Reihe von Retorten erhaltenen Zahlen verzeichnet.

Von den 70 in der Tabelle verzeichneten der Prüfung unterworfenen Retorten waren 5 Stück wesentlich undichter als die übrigen, zwei Retorten dagegen ließen Risse erkennen und war in denselben überhaupt kein Druck zu halten. No. 6 hatte einen Riß in der Wandung, No. 43 im Boden und der Wand, Boden und Wand schienen ungenügend verbunden zu sein.

No.	Alter der Retorte Tage	Druckfall in 2 Minuten mm	No.	Alter der Retorte Tage	Druckfall in 2 Minuten mm
1	68	121	36	66	124
2	68	114	37	66	124
3	67	121	38	66	124
4	67	121	39	66	121
5	67	111	40	66	121
6	67	0	41	66	124
7	67	124	42	66	124
8	67	111	43	66	0
9	67	121	44	66	124
10	67	117	45	64	117
11	67	117	46	64	124
12	67	111	47	64	124
13	67	114	48	64	121
14	67	124	49	64	121
15	67	111	50	64	124
16	67	108	51	64	121
17	67	111	52	64	117
18	67	114	53	64	117
19	67	114	54	64	121
20	67	111	55	62	124
21	67	111	56	62	121
22	67	111	57	62	124
23	67	117	58	62	121
24	67	105	59	62	130*
25	67	111	60	62	124
26	67	111	61	62	114
27	67	121	62	62	117
28	66	111	63	62	127*
29	66	130*	64	62	124
30	66	121	65	62	117
31	66	118	66	62	114
32	66	121	67	62	111
33	66	124	68	62	114
34	66	130*	69	62	130*
35	66	121	70	61	124

### VI. Analyse zinkspinellhaltiger Scherben.

Vgl. darüber diese Zeitschrift 1902,  
S. 1244.

### Die Wertbestimmung des Tafelleims.

Von Dr. Richard Kißling.

Unter den Titeln „Zur Untersuchung von Leim und Gelatine“ und „Bemerkungen zur Leimanalyse“ hat Arthur Müller im letzten Jahrgange dieser Zeitschrift zwei Abhandlungen veröffentlicht<sup>1)</sup>), in denen ein Verfahren zur Ermittlung des Glutingehalts der Leimsorten beschrieben und empfohlen wird. Es handelt sich um die ja schon häufig bearbeitete Methode der Fällung des Glutins mittels überschüssiger Tanninlösung und Bestimmung des ungebundenen Tannins.

Der Verfasser hat diese sehr verbesserungsbedürftige Methode in wesentlichen Punkten verbessert und insbesondere der Beseitigung verschiedener Fehlerquellen eingehende Auf-

<sup>1)</sup> Diese Zeitschrift 1902 p. 482 u. 1237.

merksamkeit geschenkt. Die mitgeteilten Zahlenbelege sind in der Tat bestechend und vielfach ist man erstaunt über die erzielte Genauigkeit, wie sie die Parallelbestimmungen erkennen lassen. Sollte es den nachprüfenden Chemikern gelingen, zu gleich befriedigenden Ergebnissen zu gelangen, so wäre allerdings auf dem Gebiete der Leimanalyse ein beachtenswerter Fortschritt zu verzeichnen, wobei natürlich noch vorauszusetzen ist, daß die aus dem Befunde der chemischen Analyse abgeleiteten Schlußfolgerungen für die Praxis Geltung beanspruchen können.

Nach den bisherigen Erfahrungen darf man in dieser Hinsicht die Hoffnungen nicht hoch spannen; gerade der Mißstand, daß man mit den Ergebnissen der chemischen Analyse in der Praxis der Leimfabrikation und Leimverwendung nichts anzufangen wußte, hat ja die Spezialisten immer wieder veranlaßt, nach neuen Prüfungsverfahren Umschau zu halten.

Übrigens möchte ich nicht unterlassen, darauf hinzuweisen, daß die in Rede stehenden Abhandlungen A. Müllers ziemlich reich an Fehlern zu sein scheinen, sodaß man den Wert der eleganten Zahlenreihen etwas niedriger einzuschätzen geneigt ist. So muß in der Tabelle III auf p. 1240 die erste Zahl der sechsten Kolumne 0,10935, die vierte 0,10980 lauten. Wenn ferner 10 g Leim auf 500 ccm Leimlösung gebracht und hiervon 20 ccm zur Untersuchung genommen werden, so beträgt die in diesen 20 ccm enthaltene Leimmenge doch 0,4 g. Da nun bei Anwendung von bestem Lederleim 0,10900 g, bei Sekunda-Knochenleim 0,09635 g Tannin zur Fällung des Glutins verbraucht werden und 100 g Tannin 139,3 g Glutin fällen, so würde ersterer 38,59, letzterer 33,57 Proz. Glutin enthalten. Das kann doch nicht richtig sein. Ebenso ist die Berechnung der Fehlerprozente auf p. 1241 wohl nicht einwandfrei.

Ich habe natürlich nur einige wenige Zahlenangaben nachgerechnet; auch bin ich nicht in der Lage, die Zuverlässigkeit der angegebenen Fällungs- und Trennungsmethoden nachzuprüfen. Nichts liegt mir daher ferner, als ein abschließendes Urteil über die Müllerschen Arbeiten abgeben zu wollen, aber ich hielt mich doch für berechtigt und verpflichtet, meinen Bedenken hier Ausdruck zu geben.

Meine Ansicht geht nach wie vor dahin, daß die in Rede stehenden sogen. chemischen Methoden, also die Ermittlung des Glutingehaltes durch Fällung mit Tannin oder durch Bestimmung des Stickstoffs, nicht geeignet sind, über den technischen Wert