

Fig. 1.

**Prüfung von Nitrozellulose und  
Nitrozellulosepulvern  
auf Haltbarkeit nach Albert P. Sy.<sup>1)</sup>**

Von Dr. R. ESCALES.

(Eingeg. d. 25.4. 1905.)

Die Haltbarkeit von Nitrozellulosen wurde bekanntlich früher in der Weise geprüft, daß man

das Nitroprodukt (bzw. Nitrat) bis zur beginnenden Zersetzung erhitzte; die neueren Methoden dagegen (Will, Bergmann-Junk, Obermüller) gehen darauf hinaus, die Beständigkeit der Nitrozellulosen durch Ermittlung des Zersetzungsverlaufes selbst zu bestimmen, indem sie die nach

<sup>1)</sup> J. Am. Chem. Soc. 1903; — J. United States Artillery 1903.

einer gewissen Zeitdauer pro Minute abgespaltenen gasförmigen Produkte, insbesondere die Stickoxyde messen.

Der amerikanische Chemiker Albert P. Sy hat im Frankford Arsenal in Philadelphia eine Methode ausgearbeitet, welche ebenfalls den Zweck hat, aus der Beobachtung des Zersetzungsvorlaufes einen Rückschluß auf die Haltbarkeit von Nitrozellulosen und Nitrozellulosepulvern zu ziehen. Sy erhitzt die Proben täglich acht Stunden lang und stellt den täglichen Gesamtgewichtsverlust (also nicht nur die Stickoxyde) in Prozenten fest. Er findet, daß nach Verdunsten von anhaftender Feuchtigkeit und Lösungsmitteln (Essigäther) die Verflüchtigung der Zersetzungsprodukte in allmählich

fortschreitender Weise zunimmt, bis ein Maximum erreicht ist; diesen kritischen Punkt, also das Maximum des täglichen Gewichtsverlustes, bestimmt Sy und zwar mit Benutzung eines doppelwandigen Trockenkastens aus Kupferblech, der zu  $\frac{2}{3}$  mit einer Mischung (a) aus Xylol und Toluol — die bei  $115^{\circ}$  siedet und durch einen Rückflußkühler kondensiert wird — gefüllt ist; die schwach V-förmige Senkung des inneren Bodens d begünstigt ein gleichmäßiges Sieden des Heizmittels;

die Temperatur im Trockenschrank wird durch ein Thermometer bei e kontrolliert; die Konstruktion des Trockenschrankes ergibt sich aus den Figuren 1 und 2. — Zur Untersuchung wählt Sy 1—4 Stückchen der Substanz auf einem Uhrglas und erhitzt dann acht Stunden lang, worauf er nach dem Abkühlen im Exsikkator den prozentualen Gewichtsverlust bestimmt. — Was die Temperatur betrifft, bei welcher die Unter-

suchung vorgenommen wird, so hat sich ergeben, daß die Zersetzung der Nitrozellulosen bei  $80$ — $100^{\circ}$  zu langsam vor sich geht, um daraus auf Unterschiede in den Haltbarkeitseigenschaften schließen zu können; andererseits wurde bei Versuchen bei

$120^{\circ}$  und höher festgestellt, daß hier bei guten wie bei schlechten Präparaten eine zu rasche Zersetzung stattfindet, so daß eine Differenzierung nicht möglich ist; als am geeignetesten erwies sich eine Temperatur von  $110^{\circ}$  oder besser noch von  $115^{\circ}$ . Wenn man bei dieser Temperatur das Erhitzen der Proben mehrere Tage fortsetzt, so lassen sich bald charakteristische Unterschiede wahrnehmen; eine gute Nitrozellulose verliert am ersten Tag ihre Feuchtigkeit und ihre flüchtigen Bestandteile fast vollständig; hierauf bleibt bis zum sechsten Tage der tägliche Verlust unter  $1\%$ ; der Maximalwert des täglichen Verlustes wird nicht vor dem achten Tage erreicht. Eine schlechte Probe dagegen gibt schon am ersten Tage Zersetzungsprodukte ab, die Zersetzung schreitet rascher fort, und das Maximum der Zersetzung ist schon vor dem achten Tage erreicht.

Aus Fig. 3 und 4 geht hervor, daß die Zersetzung eines guten Pulvers (179) und eines schlechten Pulvers (391) bei

$100^{\circ}$  noch wenig differiert; bei  $110^{\circ}$  sind die Unterschiede schon mehr bemerkbar, und bei  $115^{\circ}$  tritt das verschiedene Verhalten am stärksten hervor.

Fig. 5 zeigt die Untersuchung von 12 Proben bei  $110^{\circ}$ , woraus hervorgeht, daß einige Proben (619, 445, 577) sehr gut, andere (391, 326, 608, 546 F. A.) mangelhaft sind, und die übrigen sich in der Mitte halten; zur Erzielung dieser Resultate

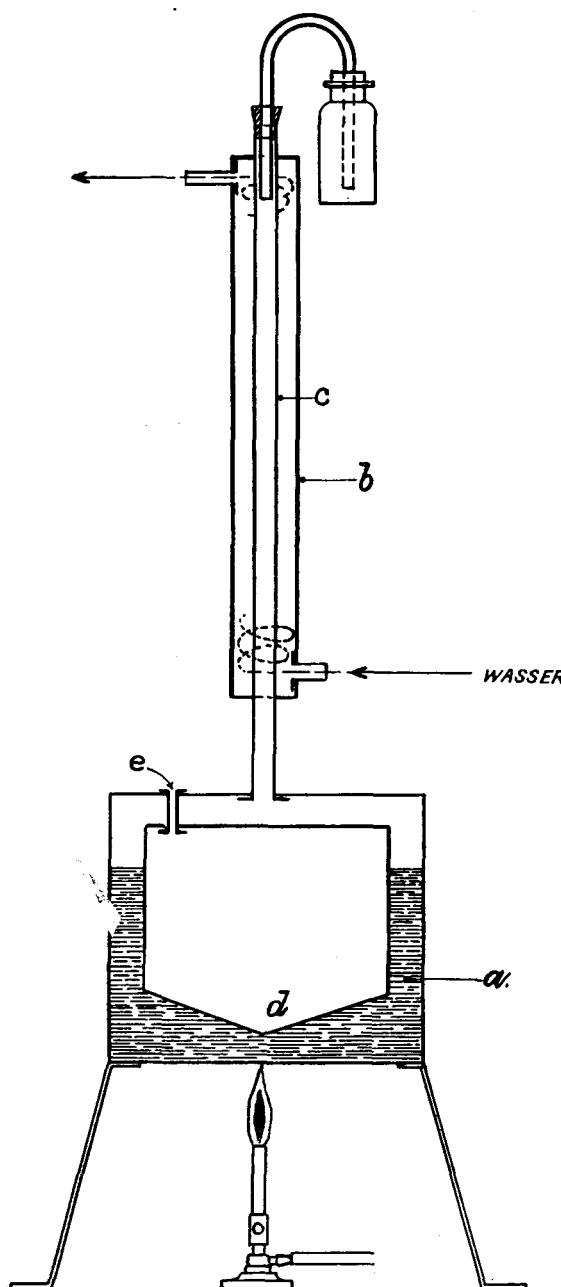
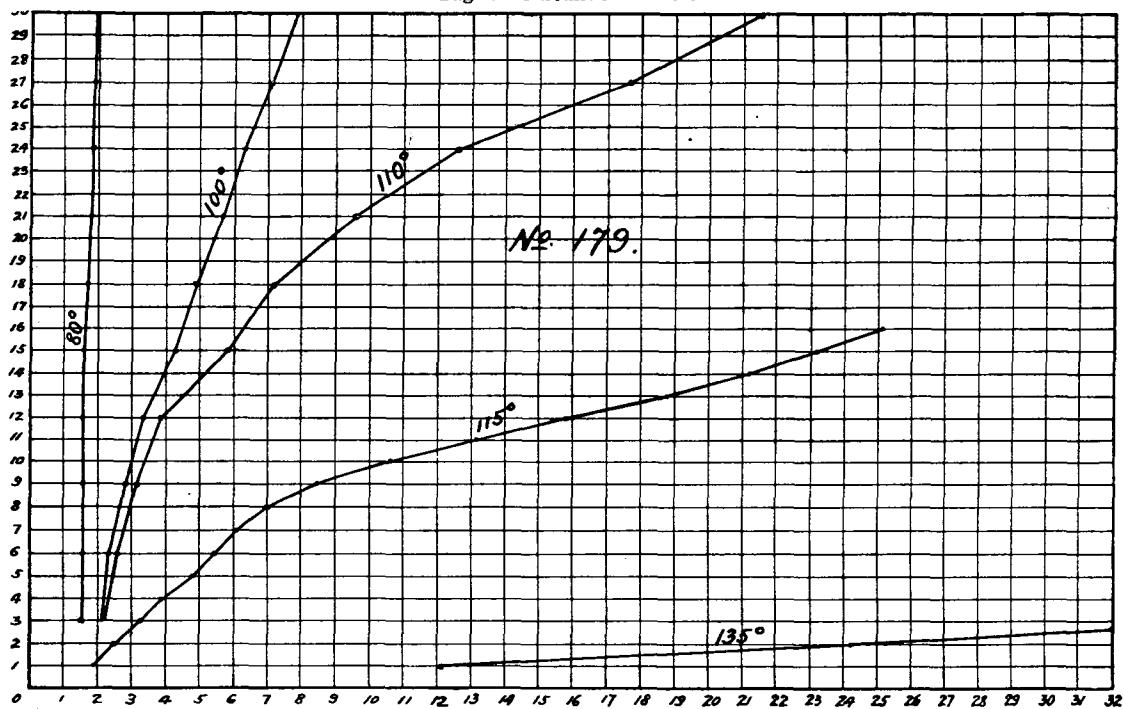


Fig. 2.

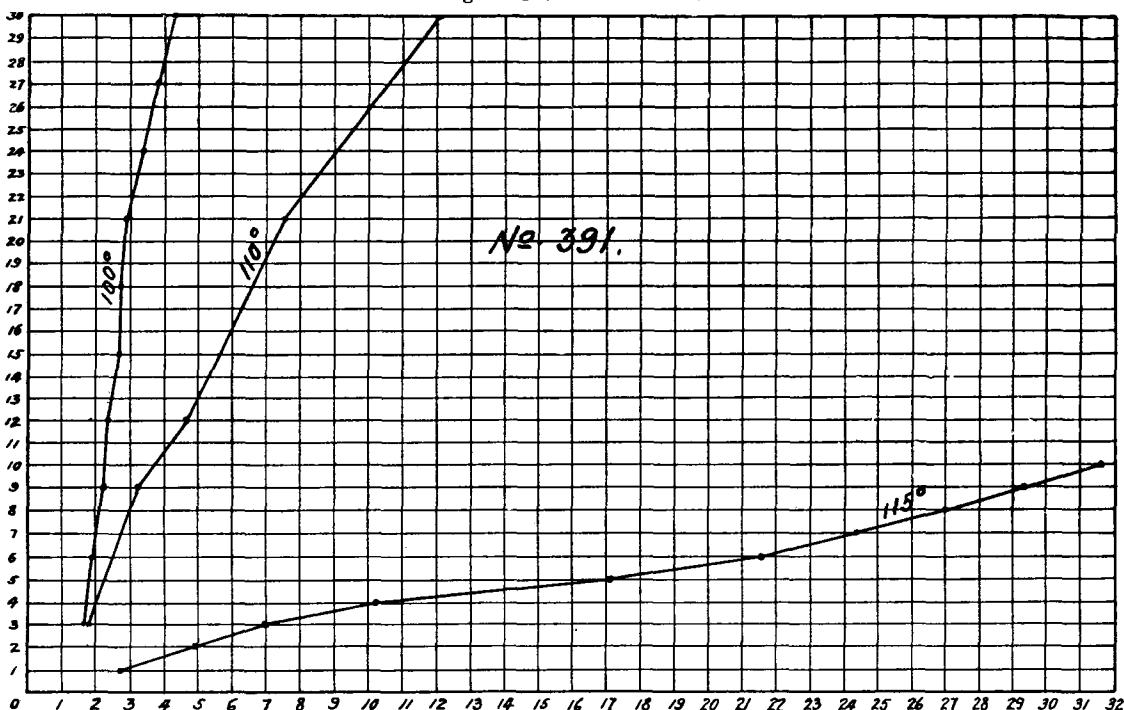
Täglich 8 Stunden erhitzt.

Fig. 3.  
Verlust in Prozenten.

bei 110° mußte aber täglich 24 Stunden lang erhitzt werden, während für die von Sy schließlich gewählte Temperatur von 115° ein tägliches 8stündigiges Erhitzen genügte. Aus den Figuren 6, 7, 8 und 9 geht hervor, daß sich je nach Qualität

der Proben bei täglichem, 8stündigem Erhitzen auf 115° charakteristische Unterschiede ergeben; speziell zu Fig. 9 ist noch zu bemerken, daß man an derselben die schlechte Qualität der Proben 391 und 546A. beobachten kann, während die

Täglich 8 Stunden erhitzt.

Fig. 4.  
Verlust in Prozenten.

Täglich 24 Stunden erhitzt.

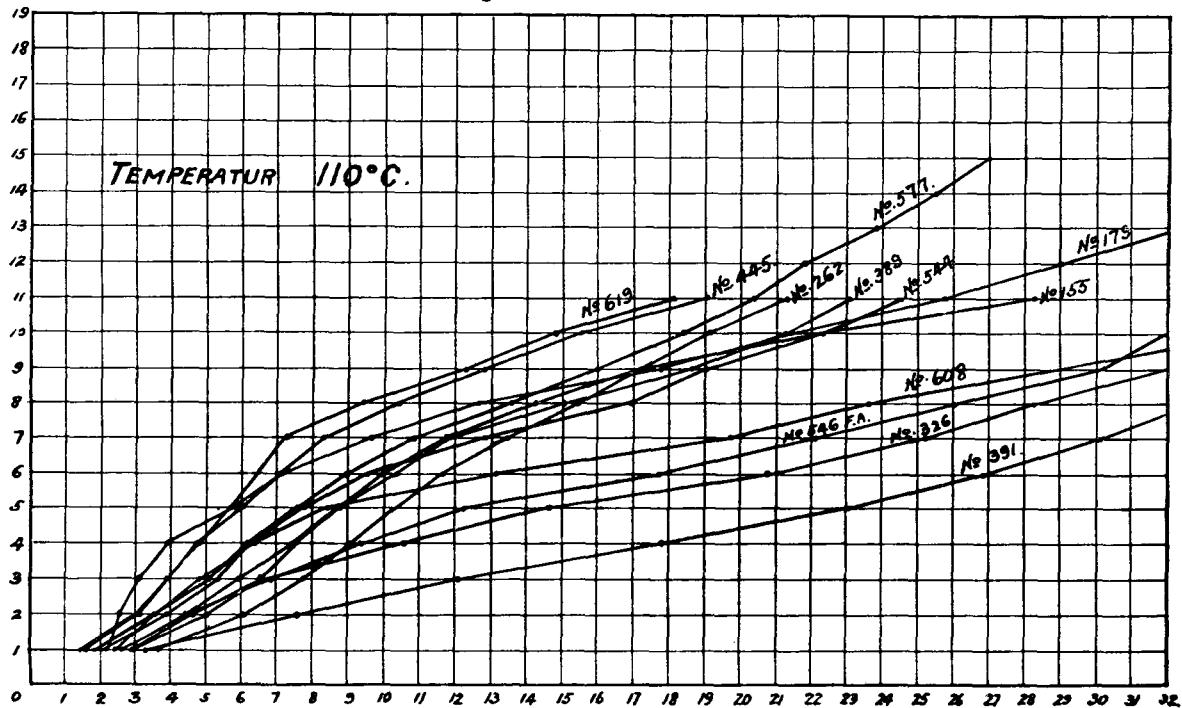


Fig. 5.  
Verlust in Prozenten.

Nummern 922, 924, 926 gute Nitrozellulosen darstellen, die zu Pulvern von verschiedener Korngröße verarbeitet ist; die geringen Unterschiede zwischen diesen drei rauchschwachen Pulversorten zeigen, daß die Größe der angewandten Pulver-

körper von fast keinem Einfluß auf den Zersetzungsvorlauf ist. Von Interesse sind auch die Untersuchungen, welche Sy mit den Rückständen angestellt hat; diese sind zerbrechliche, löcherige Massen, welche meist die alte Form bei-

Täglich 8 Stunden erhitzt.

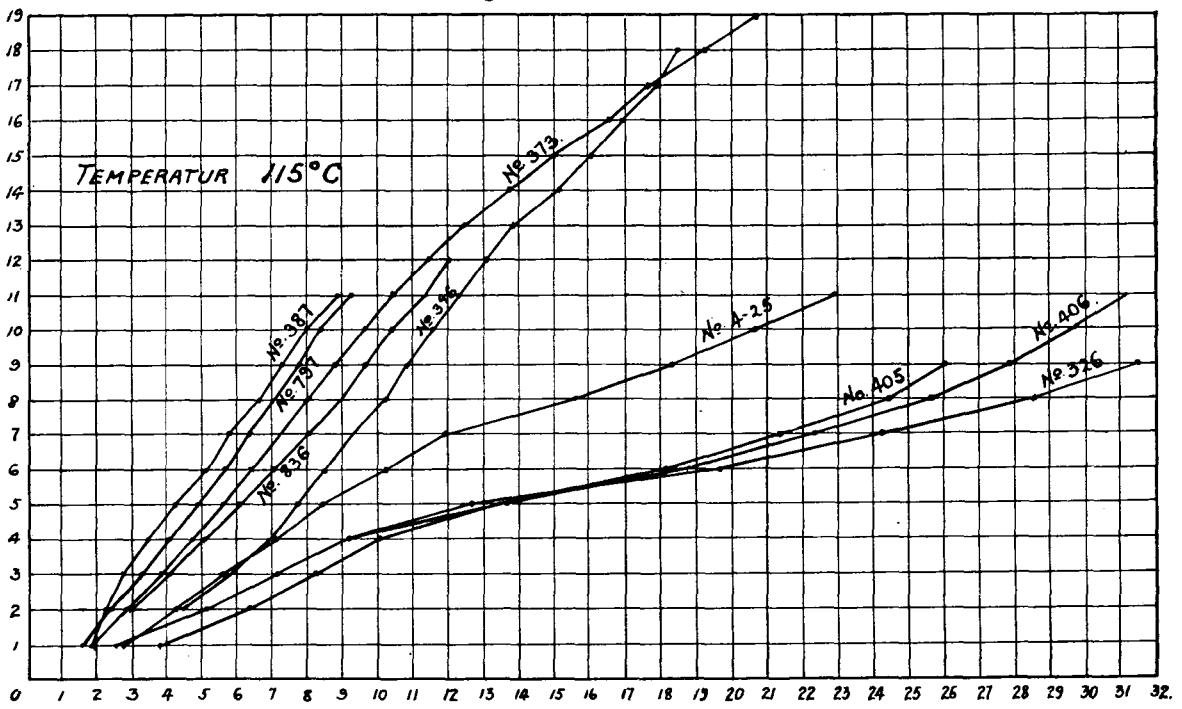
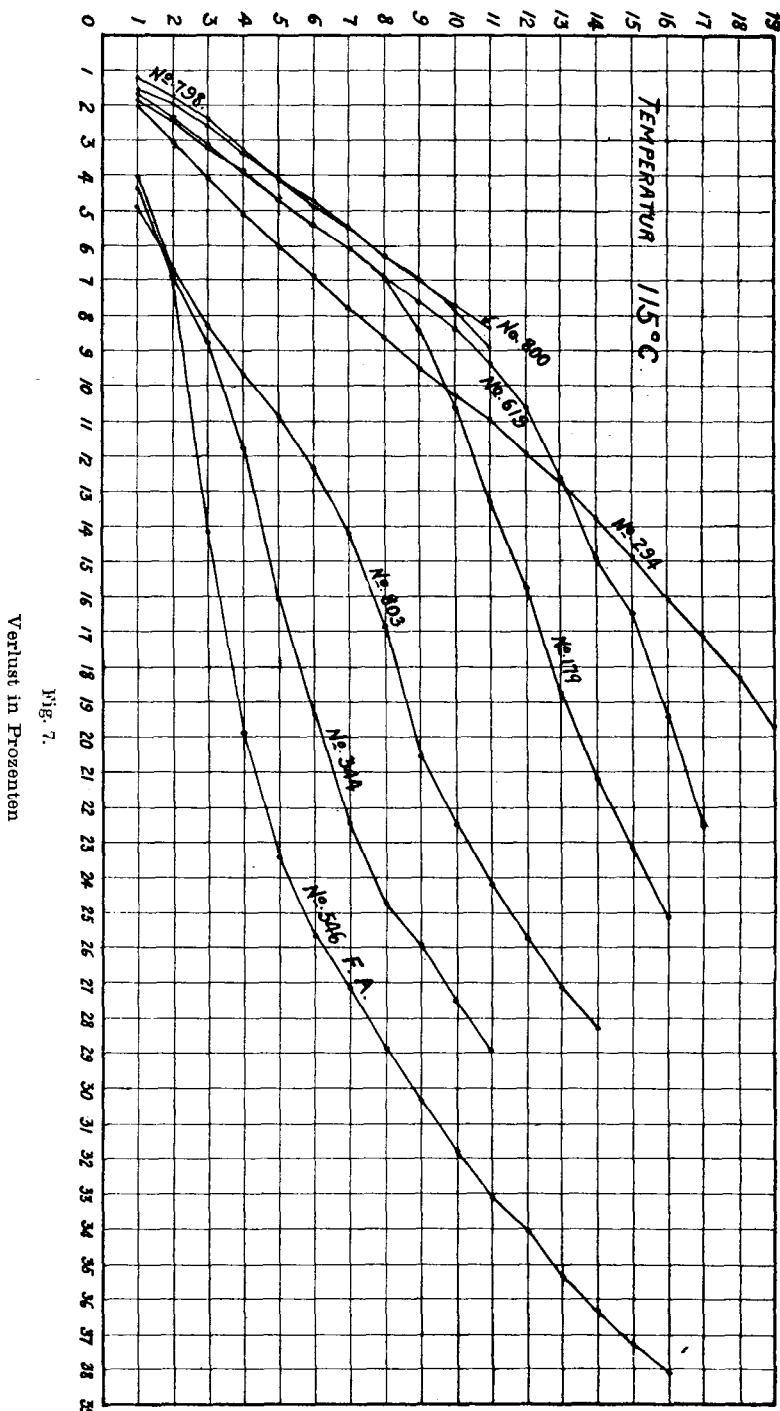


Fig. 6.  
Verlust in Prozenten.



Täglich 8 Stunden erhitzt.

Fig. 7.

behalten haben; nur einige Proben haben ihre Form verloren und schmelzen bei etwas höherer Temperatur.

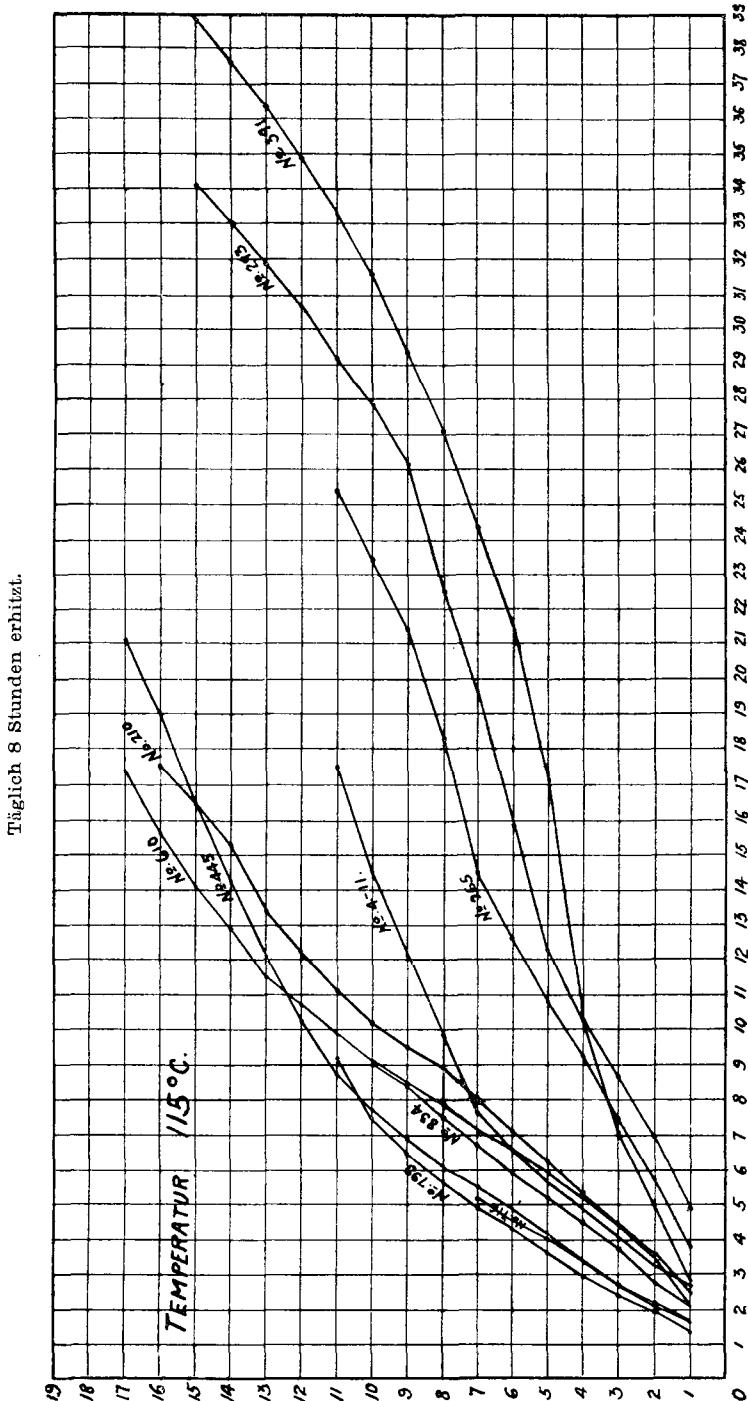
Der Stickstoffgehalt nimmt selbstverständlich mit der Zunahme des totalen Verlustes ab; fünfzehn Proben, die vor der Haltbarkeitsprobe 12,37 bis 12,60% Stickstoff enthalten hatten, zeigten nach einem Totalverlust von 55—56% noch einen Stickstoffgehalt von 4,31 bis 4,91%. Die Unlöslichkeit des Produktes in Aceton nimmt mit wachsendem Gesamtverlust zu:

Totalverlust Unlöslich in Aceton

41,37%	0,12%
55,67%	0,72%
65,08%	6,99%

Sy gibt in nachstehender Tabelle eine Zusammenstellung seiner Haltbarkeitsprobe mit vier anderen, älteren Methoden, für welche folgende Normen gelten:

Jodkaliumstärkeprobe: 10 Minuten.  
Verpuffungsprobe: 177°.



Probe bei 135°: Rotfärbung von Lackmus  
1 Stunde 15 Min.; NO<sub>2</sub>-Dämpfe 2 Stunden;

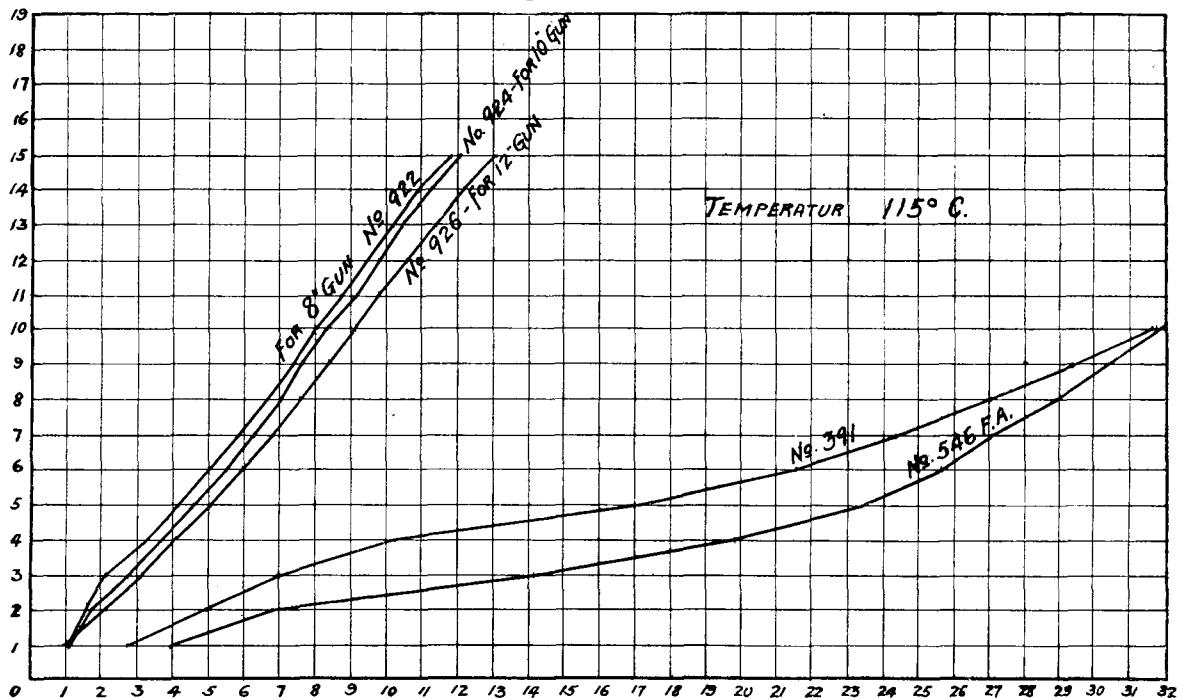
Explosion nicht innerhalb 5 Stunden.

Vicilleprobe: Zwanzig Stunden für fünfzöllige,  
dreißig Stunden für größere Pulver.

Wenn man nun auf Grund dieser Tabelle und der  
vorhergestellten Normen eine neue Zusammenstellung  
macht, so findet man, daß, so sehr sich auch die zum  
Vergleiche gezogenen Methoden oft widersprechen,  
die neue Sy-Methode durch eine der anderen immer  
bestätigt wird:

Nr.	Sy-Methode	Jodstärke	Explosionsprobe	135°	Vieille
293	schlecht	gut	schlecht	gut	gut
294	gut	schlecht	gut	gut	gut
326	schlecht	gut	schlecht	schlecht	schlecht
344	schlecht	gut	schlecht	schlecht	schlecht
396	gut	gut	schlecht	gut	schlecht
405	schlecht	gut	schlecht	gut	schlecht
619	gut	schlecht	schlecht	gut	gut
717	gut	gut	schlecht	gut	schlecht
834	gut	gut	schlecht	gut	schlecht

Täglich 8 Stunden erhitzt.

Fig. 9.  
Verlust in Prozenten.

Nr.	Korngröße (in Zoll)	Jodstärke- probe		135°-Probe			Vieille- probe in Stund. und Min.	Sy-Probe		Gesamt- Verlust in 6 Tagen	
		frisches Muster	nach 1 Jahr	Ver- puff- ungs- probe	Lackmus- färbung	NO <sub>2</sub> - Explosion		Täglicher Verlust über 1%	maximal		
4-11	0,25 × 0,5	15	15	174°	1.40	keine	keine	—.—	7. Tag	12. Tag	6,52%
4-25	0,56 × 0,7	39	30	171°	1.52	„	„	—.—	v. Anfang an	8. Tag	10,22%
155	0,62 × 1,0	16	13	—	2.00	„	„	27.20	nicht erreicht	nicht erreicht	4,72%
179	0,25 × 0,6	35	23	177°	4.00	„	„	27.05	9. Tag	13. Tag	5,34%
197	0,25 × 1,0	—	12	176°	1.55	„	„	19.40	9. Tag	nicht erreicht	4,73%
210	0,7 × 1,7	28	11	177°	2.50	„	„	49.40	12. Tag	14. Tag	7,16%
262	0,45 × 1,12	18	12	172°	3.00	„	„	49.15	nicht erreicht	nicht erreicht	7,45%
265	0,8 × 1,8	15	10	171°	2.05	2.45	3.25	29.05	v. Anfang an	8. Tag	12,54%
						3.55					
293	0,8 × 1,8	15	11	166°	1.20	2.20	keine	33.30	v. Anfang an	7. Tag	15,89%
294	0,7 × 1,7	10	7	177°	2.15	keine	„	46.25	14. Tag	nicht erreicht	6,88%
326	0,45 × 1,5	30+	30+	161°	0.50	2.47	3.00	24.40	v. Anfang an	6. Tag	19,70%
						4.00					
344	0,7 × 2,0	13	13	150°	1.15	2.22	3.00	25.10	v. Anfang an	5. Tag	19,39%
						4.15					
373	0,75 × 1,6	30+	5	175°	2.35	keine	keine	36.50	13. Tag	16. Tag	6,44%
387	0,4 × 0,9	9	30+	174°	3.20	„	„	22.50	11. Tag	nicht erreicht	5,11%
389	0,4 × 0,75	10	—	178°	1.00	„	„	12.40	nicht erreicht	nicht erreicht	5,49%
391	0,25 × 0,36	12	18	168°	0.50	1.45	2.45	8.35	v. Anfang an	5. Tag	21,55%
						2.50					
396	0,65 × 1,7	20	12	173°	3.20	keine	keine	21.45	14. Tag	nicht erreicht	8,53%
405	0,75 × 1,6	30+	17	175°	2.00	„	„	19.15	v. Anfang an	6. Tag	18,14%
406	0,36 × 1,0	30+	30+	168°	1.15	3.40	3.55	15.45	v. Anfang an	6. Tag	18,80%
407	0,6 × 1,3	30+	30+	167°	1.50	2.25	2.35	15.50	v. Anfang an	7. Tag	12,00%
445	0,42 × 0,9	15	30+	176°	1.30	3.30	keine	31.40	11. Tag	17. Tag	4,83%
544	0,25 × 0,63	21	14	176°	2.15	keine	„	30.20	nicht erreicht	nicht erreicht	5,11%
546 F.A.	0,45 × 1,5	12	30+	170°	1.20	„	3.00	6.50	v. Anfang an	3. Tag	25,64%
						3.40					
577	0,34 × 1,0	12	—	175°	1.10	1.45	keine	21.45	9. Tag	nicht erreicht	6,74%
608	0,12 × 1,0	30	—	175°	1.10	4.30	„	16.05	6. Tag	10. Tag	6,05%
610	0,8 × 1,8	16	10	178°	2.05	2.45	„	30.35	14. Tag	nicht erreicht	6,58%
619	0,4 × 0,9	6	—	176°	2.10	3.50	„	31.15	12. Tag	17. Tag	5,44%
716	0,4 × 0,6	10	—	175°	1.25	keine	„	22.00	nicht erreicht	nicht erreicht	4,53%
717	0,4 × 0,6	10	—	172°	1.00	„	„	18.55	nicht erreicht	nicht erreicht	5,23%
797	0,4 × 0,75	55	—	175°	2.15	„	„	25.40	nicht erreicht	nicht erreicht	5,69%
798	0,4 × 0,75	45	—	179°	2.15	„	„	24.50	12. Tag	nicht erreicht	4,77%

Nr.	Korngröße (in Zoll)	Jodstärke- probe		135°-Probe			Vieille- probe in Stund. und Min.	Sy.-Probe		Gesamt- Verlust in 6 Tagen
		frisches nach Muster 1 Jahr	Ver- puff- ungs- färbung	Lackmus- probe in Stunden und Minuten	NO <sub>2</sub> Explosion	Täglicher Verlust über 1% maximal				
799	0,4 × 0,75	60 +	—	177°	2.30	„	22.30	10. Tag	nicht erreicht	4,32%
800	0,62 × 1,0	30 +	—	178°	2.05	„	31.25	nicht erreicht	nicht erreicht	4,85%
803	0,8 × 1,8	27	—	173°	1.50	3.20	24.15 v. Anfang an	9. Tag	12,37%	—
						3.30				
834	0,4 × 0,87	30 +	—	171°	3.10	keine	19.50	11. Tag	nicht erreicht	5,90%
836	0,48 × 0,95	30 +	—	175°	3.30	„	30.45	13. Tag	nicht erreicht	7,07%
922	0,75 × 1,12	15	—	177°	2.00	2.45	..	31.00	nicht erreicht	5,00%
924	1,0 × 1,75	10	—	175°	1.40	2.45	..	31.10	nicht erreicht	5,50%
926	1,12 × 2,0	10	—	179°	2.05	3.25	..	31.00	nicht erreicht	5,99%

Sy nimmt für das neue Verfahren folgende Vorzüge in Anspruch:

Es gibt die gesamten Zersetzungspprodukte an, während die älteren Verfahren nur Teile derselben bestimmen.

Es zeigt den Einfluß der Zersetzung auf das Pulver selbst und den quantitativen Verlauf derselben.

Schließlich ist die Prüfung selbst sehr einfach und nicht den vielen Veränderlichkeiten unterworfen.

Die lange Dauer der Untersuchung wird bei allem wissenschaftlichen Interesse, das der Untersuchung entgegengebracht wird, der praktischen Anwendung nach Ansicht des Referenten hinderlich sein.

## Die Goldgewinnung in Transvaal.

(Vortrag, gehalten am 26.3. 1905 im Thüringischen Bezirksverein des Vereins deutscher Chemiker, Leipzig.)

Von Dr. J. LOEJVY (Berlin).

(Eingeg. d. 1.4. 1905.)

M. H. Ich will versuchen, Ihnen in möglichst kurzer Zeit ein möglichst klares und vollständiges Bild von der Goldgewinnung in Transvaal zu entwerfen.

Wenn ich zu diesem Zwecke die verschiedenen Methoden beschreibe, welche für die Extraktion des Goldes aus seinen Erzen in Transvaal zur Anwendung kommen, so gebe ich Ihnen damit zugleich einen Überblick über den heutigen Stand der Goldgewinnung überhaupt. Denn Transvaal nimmt eine führende Stellung unter den goldproduzierenden Ländern ein, nicht nur hinsichtlich des Umfangs, sondern auch hinsichtlich der Technik der Produktion; es hat in mehr als einer Beziehung Schule gemacht in der Metallurgie des Goldes, ganz besonders aber durch die Einführung des Cyanidverfahrens, welches in Johannesburg, dem industriellen und intellektuellen Zentrum Transvaals das Licht der Welt erblickt und von dort aus seinen Siegeszug über die ganze Erde angetreten hat. Und wenn auch das Cyanidverfahren nicht überall in seiner ursprünglichen Form beibehalten, sondern in manchen Ländern dem Charakter der Erze entsprechend in mehr oder minder zweckmäßiger Weise modifiziert worden ist, so ändert das nichts an der Tatsache, daß die ersten und für die Praxis bedeutungsvollsten grundlegenden Arbeiten auf diesem Ge-

biete in Johannesburg ausgeführt worden sind, und daß dort zum ersten Male der definitive Beweis dafür erbracht wurde, daß die Extraktion des Goldes aus Erzen durch Cyanidkaliu in großem, industriellem Maßstabe mit kommerziellem Erfolg möglich ist.

### Geologisches.

Bevor ich zu dem eigentlichen Gegenstand meines Vortrages übergehe, halte ich es für nützlich, einige kurze Mitteilungen über die geologischen Verhältnisse des „Witwatersrand“ oder des „Randgebietes“ zu machen, mit welchem Namen man den wichtigsten goldführenden Distrikt Transvaals bezeichnet, in dessen Zentrum die im Jahre 1886 gegründete Stadt Johannesburg liegt.

Es gibt am Witwatersrand keine alluvialen Goldvorkommen, aus denen das Gold durch Waschen gewonnen werden kann, wie dies in den Goldwäscherien Sibiriens, im Ural, im Kaukasus und in anderen Ländern geschieht. Das edle Metall findet sich vielmehr am Witwatersrand ausschließlich vererzt, d. h. zwar gediegen, aber in so feiner Verteilung in das Gestein eingesprengt, daß es ihm nur nach vorangegangener feiner Pulverisierung durch chemische Prozesse entzogen werden kann. Auch gibt es am Witwatersrand keine goldführenden Quarzgänge, wie z. B. in Siebenbürgen, Ungarn, Amerika usw., sondern die goldführenden Erzlagerstätten des Randgebietes sind Flözbildungen, welche aus einem charakteristischen Gestein, dem Konglomerat oder Banket bestehen.

### Ausdehnung und Goldgehalt der Konglomeratflöze.

Zwei Eigenschaften sind es, durch welche diese Konglomeratflöze zu einem bisher in der Welt nie wieder beobachteten Unikum gestempelt werden, nämlich die Regelmäßigkeit ihres Goldgehalts und ihre große Ausdehnung. Ich sage Regelmäßigkeit, und nicht Reichhaltigkeit, und ich will hieran sogleich die vielleicht manchen von Ihnen überraschende Mitteilung knüpfen, daß der Goldgehalt der Randflöze ein verhältnismäßig niedriger ist: er beträgt durchschnittlich nur 15—18 g pro Tonne, entsprechend einem Werte von 40—45 M. Daß aber trotz dieses niedrigen Gehaltes die Goldfelder des Randgebietes eine ungeheure Bedeutung besitzen, wird Ihnen sofort klar werden, wenn ich Ihnen einige Mitteilungen über die Ausdehnung und Mächtigkeit der Konglomeratflöze mache. Sie durchziehen nämlich den ganzen Witwatersrand, in der Richtung von