

Spuren Silbernitrat erfolgt jedoch momentan eine Schwarzfärbung der Quecksilbersalzlösung durch Abscheidung von feinverteiltem Quecksilber. Offenbar wirken in diesem Falle kleine Mengen von elementarem Silber als Keime für die Abscheidung von Quecksilber; es läge dann ein analoger Fall vor, wie bei der Wirksamkeit von Wismutkeimen bei dem schon früher erwähnten Wismutnachweis. Diese Tatsache lässt sich zum Nachweis von Silberspuren benützen, wenn man als Reagens eine Aufschwemmung von Kalomel in Phenylhydrazin-Eisessig verwendet.

A u s f ü h r u n g : Frisch gefälltes, gut gewaschenes Kalomel wird in wenig Wasser aufgeschlämmt und eine Lösung von einem Teil Phenylhydrazin und zwei Teilen Eisessig hinzugesetzt. Teilt man nun diese Aufschwemmung in zwei Teile und bringt zu dem einen Teil 1 cm<sup>3</sup> einer

sehr verdünnten  $\text{AgNO}_3$ -Lösung, so entsteht je nach der Menge des Silbers sofort oder nach wenigen Minuten eine schwarzgraue Abscheidung von Quecksilber, während in der Parallelprobe eine Reduktion erst nach weit längerem Stehen wahrnehmbar ist.

Bei einer Silbernitrat-Lösung, welche 1 : 62 000 000 verdünnt ist, entsteht die für den positiven Ausfall des Silbernachweises charakteristische Graufärbung unmittelbar nach Zusatz der Ag-Lösung zum Reagens; bei einer Verdünnung 1 : 200 000 000 war ein deutlicher Farbenunterschied von Probe- und Vergleichslösung nach fünf bis sieben Minuten deutlich sichtbar. Die jeweiligen Erfassungsgrenzen betragen demnach 0,016 bzw. 0,005 γ Ag pro cm<sup>3</sup>.

Der erwähnte Silbernachweis übertrifft daher an Empfindlichkeit alle bisher bekannten. [A. 122.]

## Schnellanalytische Methoden durch Phasentrennung mittels der Zentrifuge.

Von Priv.-Doz. Dr. W. KUNITZ, Halle.  
Mineralogisches Institut der Universität Halle a. d. Saale.  
Vorgetragen in der Fachgruppe für analytische Chemie.

(Eingeg. 11. Juni 1931.)

Für zahlreiche Untersuchungszwecke vermag eine quantitative Bestimmung der Phasengehalte oft wertvollere Aufschlüsse zu geben als die Ermittlung der chemischen Zusammensetzung. Die Methoden, die sich ausschließlich auf die Bestimmung der Phasen erstrecken, sind als Phasenanalyse von der chemischen Analyse abgetrennt und bisher mit Erfolg angewandt worden bei der Trennung folgender Phasengemische: Gesteine, Kohlen, Salze, Bohrproben, Hüttenprodukte, Tone; sie dürften sich aber auch bei der Untersuchung anderer natürlicher und technischer Produkte vorteilhaft verwenden lassen.

Zwei verschiedene Bestimmungsarten stehen zur Verfügung: 1. Die indirekte Berechnung der Phasen aus der chemischen Zusammensetzung. Die chemische Analyse zerstört zwar die Phasen, doch gestattet sie unter gewissen Voraussetzungen eine ziemlich genaue Berechnung der Phasen. 2. Von den direkten Methoden wurde bisher am meisten die planimetrische Ausmessung von Dünnenschliffen oder Anschliffen angewandt. Diese Methode ist sehr umständlich und langwierig, auch liefert sie erst bei der Vermessung mehrerer Dünnenschliffe richtige Durchschnittswerte.

Schon frühzeitig hat man sich die Dichteunterschiede der Phasen für Trennungen zunutze gemacht. Das gepulverte Material wird hierbei in schweren Lösungen, die als Zwischenphase dienen, suspendiert; in solchen Medien sinken die Phasen unter, die schwerer sind als die Flüssigkeit, die leichteren steigen nach oben, man erhält also stets zwei Fraktionen. Bis vor nicht allzu langer Zeit hat man diese Trennungen im Schwerefeld der Erde ausgeführt. Man musste hierbei noch ziemlich grobes Pulver verwenden, um ein schnelles Absinken der schwereren Phasen zu erzielen. Die mikroskopische Untersuchung hat aber gezeigt, daß gröbere Körner häufig aus mehreren Phasen zusammengesetzt sind; solche inhomogene Körner besitzen eine recht wechselnde Dichte und verunreinigen sämtliche Fraktionen. Erst die Anwendung der Zentrifuge ermöglichte den Übergang zu viel feineren Pulvern und lieferte damit Fraktionen von einem Reinheitsgrad, der für quantitative Bestimmungen ausreicht. Noch andere Vorteile gewährt die Anwendung der Zentrifuge bei den Trennungen; infolge der außerordentlichen Erhöhung der Sedimentationsgeschwindigkeit lassen sich Phasenzerlegungen in weit kürzerer Zeit als bisher durch-

führen; außerdem können recht geringe Dichteunterschiede für die Phasentrennungen ausgenutzt werden.

Besondere Schwierigkeiten bereitet nach dem Zentrifugieren das Abtrennen der leichteren Fraktion von der am Boden befindlichen schwereren Fraktion. Von den zahlreichen Methoden und Zentrifugengefäßen bietet die von Wolffsche Pipette<sup>1)</sup> die einfachste und beste Lösung.

Ein zylindrisches, unten pipettenförmig ausgezogenes Gefäß wird in das mit schwerer Lösung angefüllte Zentrifugengefäß eingehängt. In die Pipette wird das Phasenpulver eingebracht und nach dem Unrühren zentrifugiert. Die schwere Phase sinkt durch die untere Pipettenöffnung auf den Boden des Zentrifugengefäßes; die leichtere Phase bleibt im oberen Teil der Pipette zurück. Sie kann durch Aufsetzen des Korkens und Schließen des Hahnes zusammen mit der Pipette herausgenommen und nach dem Abfiltrieren der schweren Lösung der Wägung zugeführt werden. Man erhält aber nur zwei Fraktionen, bei mehreren Phasen muß man die weitere Zerlegung mit neuen Trennungsflüssigkeiten, deren Dichten zwischen den zu trennenden Phasen liegen, durchführen.

Das Einstellen der schweren Lösungen auf die erforderliche Dichte erfolgt am besten durch Verdünnen. Recht vorteilhaft hat sich hierbei der Zusatz des Verdünnungsmittels aus einer Bürette<sup>2)</sup> erwiesen. Eine Eichkurve (Abb. 2), die man sich durch Eichkörper bestimmter Dichte für die gleiche Vorlage (also: gleiches Volumen und gleiche Konzentration) der schweren Lösung, wie man sie für die Trennung verwendet, ermittelt hat, liefert die Anzahl Kubikzentimeter, die man jeweils zuzusetzen hat.

Eine solche logarithmische Eichkurve, bei der auf der Abszisse die Dichten, auf der Koordinate die ent-

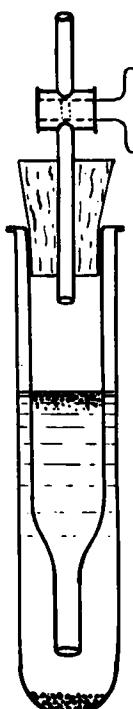


Abb. 1.

<sup>1)</sup> F. v. Wolff, Die Trennung fester Phasen mit der Zentrifuge, Fortschr. d. Mineral., Krystallogr. Petrogr. 1927, 93—95; Ztschr. Mineral., Geol. Paläont. 19; vgl. auch Müller, Mitt. Min., Geol. Staatsinst. Hamb. 1929, H. 11; Schröder, Ztschr. Mineral., Geol. Paläont. 1930 A, 38—40.

<sup>2)</sup> W. Kunitz, Die Isomorphieverhältnisse in der Hornblendegruppe, Neues Jahrb. Mineral., Geol. Paläont. 1929 B, Bd. 60, 171.

sprechenden Kubikzentimeter Verdünnungsmittel aufgetragen sind, gestattet zugleich eine recht genaue Bestimmung des spezifischen Gewichts

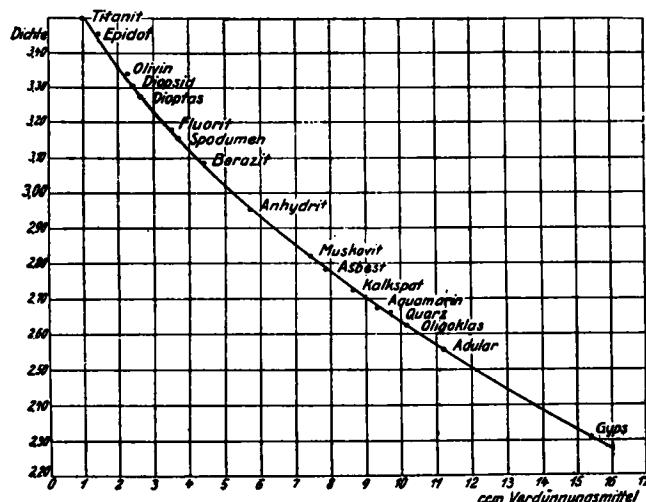


Abb. 2.

#### fester und flüssiger Phasen durch Titration<sup>2)</sup>.

Das Titrationsverfahren der Dichte führt nun weiter auf eine ganz neue Art der Phasenanalyse, die man als volumetrische Methode<sup>3)</sup> bezeichnen kann. Prinzip: Durch allmählichen Zusatz des Verdünnungsmittels mit Hilfe der Bürette läßt es sich erreichen, daß die einzelnen Phasen nicht nur zeitlich nacheinander, sondern auch örtlich übereinander geschichtet im Zentrifugenglas beim Ausschleudern zur Sedimentation kommen.

Wendet man nun graduierte Zentrifugengläser an, so lassen sich die Volumenzunahmen und damit die Volumenprozente der Phasen direkt angeben. Durch Multiplikation mit den spezifischen Gewichten, die man gleichzeitig durch Titration erhält, sind auch die Mengenverhältnisse und Gewichtsprozente bekannt.

Arbeitsweise: Graduierte Zentrifugengefäße werden mit eingestellter schwerer Lösung von hoher Dichte auf 5 cm<sup>3</sup> genau angefüllt. Darauf wird das gepulverte Phasengemisch (etwa 2 bis 3 g Granitpulver) eingetragen und nach dem Umrühren zentrifugiert. Zunächst schlagen sich die schwersten Phasen (Erze) auf den Boden des Zentrifugengefäßes nieder, ihr Volumen erhält man durch Ablesen an der Graduierung.

Abb. 3. Die schwere Lösung wird dann weiter verdünnt, bis die nächst leichte Phase (Glimmer) zu Boden sinkt; die Kubikzentimeter Verdünnungsmittel, die man zuzusetzen hat, ergeben sich aus einer Eichkurve für 5 cm<sup>3</sup> der gleichen Lösung. Die Volumenzunahme wird an der Graduierung abgelesen und liefert mit der Dichte multipliziert die Menge des Glimmers. In der gleichen Weise lassen sich nacheinander auch die übrigen Phasen (Quarz, Feldspat) durch die Zentrifuge niederschlagen und mengenmäßig ermitteln. Bei vorsichtigem Umrühren kann man sie im Zentrifugengläse, als Schichten und an der Färbung erkennbar, wie in obiger Abbildung, getrennt erhalten.

Das Trennungsverfahren ist durch die volumetrische Methode für Gemische aus mehreren Phasen von einem diskontinuierlichen zu einem kontinuierlichen um-

<sup>2)</sup> W. Kunitz, Die volumetrische Phasenanalyse mittels der Zentrifuge, eine neue Methode zur quantitativen Gesteinsbestimmung, Fortschr. d. Mineral., Krystallogr. Petrogr. 1929, 44—47; Ztrbl. Mineral., Geol. Paläont. 1929 A, 429—432.

gestaltet, der Anwendungsbereich der graduierten Zentrifugengläser dabei von der Phasenbestimmung auf die Phasentrennung erweitert worden. Beides bedingt erhebliche Vorteile! Zunächst gewinnt man dadurch, daß sämtliche Trennungen in ein und derselben Trennungsflüssigkeit vorgenommen werden, eine nicht unerhebliche Ersparnis an schwerem Lösungsmittel; auf diesem Wege lassen sich zugleich sehr geringe Dichteunterschiede schnell einstellen. Da ferner sämtliche schwierigeren Operationen, Abheben, Abfiltrieren usw., in Fortfall kommen, ist die Methode zugleich durch größte Einfachheit und Leichtigkeit in der Handhabung ausgezeichnet. Dieses bedingt endlich ein äußerst schnelles Arbeiten; so läßt sich beispielsweise die Zerlegung eines Gesteins in die einzelnen Phasen bequem innerhalb 10 min ausführen, was eine außerordentliche Zeitersparnis gegenüber der chemischen Gesteinsanalyse oder der planimetrischen Dünnschliffvermessung, die oft mehrere Tage in Anspruch nehmen, bedeutet. Als Nachteile stehen dem gegenüber: 1. Die einzelnen Phasen werden nicht isoliert und können damit auch nicht weiteren Untersuchungen zugänglich gemacht werden. 2. Die Ablesfehler an der Graduierung und die Packungsfehler bedingen, daß kein allzu hoher Genauigkeitsgrad erreicht wird. Man kann letztere Fehler zwar dadurch verringern, daß man einerseits eine größere Menge des Phasengemisches (2 bis 3 g) unter mehrmaligem Umrühren zentrifugiert, andererseits beim Verdünnen der Trennungsflüssigkeit möglichst dicht an die spezifischen Gewichte der absinkenden Phasen herangeht und auch genaue Zeiten beim Zentrifugieren einhält; völlig ausschalten wird man sie wohl niemals können. Infolgedessen sind die Werte, die man erhält, nur relative. Sie genügen für die meisten Zwecke, wo es nur auf Vergleichswerte ankommt (Betriebskontrollen), vollkommen; auch hat sich der Gesteinsmodus hiermit recht gut ermitteln lassen.

In letzter Zeit ist es nun gelungen, die Vorteile der volumetrischen Methode auch bei dem gravimetrischen Verfahren, das absolut genaue Werte liefert,

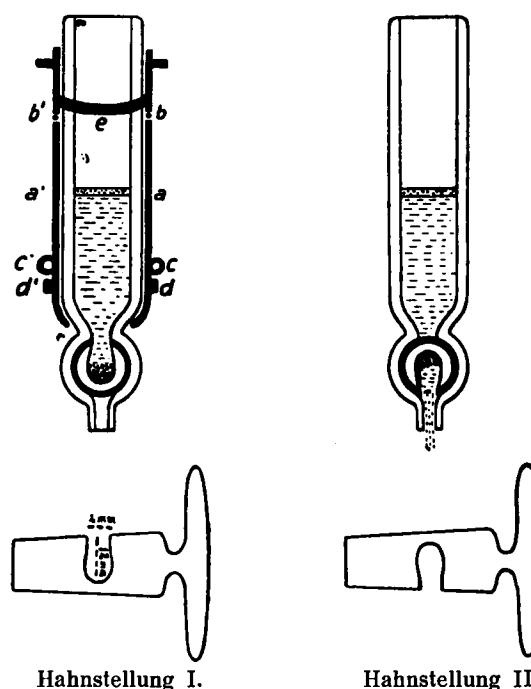


Abb. 4.

auszunutzen, womit das Verfahren ebenfalls zu einem kontinuierlichen und zu einer Schnellmethode um-

gestaltet ist<sup>4).</sup> Prinzip: Im Gegensatz zu den bisherigen Verfahren werden nicht die leichteren Phasen entfernt, sondern nur die am Boden befindlichen schwereren Phasen. Ermöglicht wurde dies durch Anwendung von Hahngefäßen.

Das Hahnkücken ist hierbei nicht völlig durchbohrt, sondern besitzt nur eine Aussparung, die zur Aufnahme der schweren Fraktion dient.

Arbeitsweise: Die oben abgebildeten Zentrifugengefäße werden mit schwerer Lösung, die nur die schwersten Bestandteile absinken läßt, angefüllt. Zunächst wird bei der Hahnstellung II kurz vorzentrifugiert, um durch nochmaliges Umrühren die abgesunkene Phase von den mitgerissenen Teilchen befreien zu können, alsdann wird bei Hahnstellung I die schwerere Fraktion in die Aussparung des Hahnes geschleudert. Durch Drehen des Hahnes in die Stellung II kann die schwerere Fraktion mit Hilfe einer Zentrifugenspritze (Abb. 4a) leicht (Einklemmen des Zentrifugengefäßes in ein Stativ) quantitativ auf einen Filtertiegel gespült und der Wägung zugeführt werden. Es wird dann die schwere Lösung im Zentrifugengefäß weiter verdünnt, bis die nächst leichte Phase absinkt, die man nach kurzem Vorzentrifugieren und Umrühren wieder rein in der Blase (Hahnstellung I) zur Sedimentation bringt; nach dem Herausspülen (Hahnstellung II) wird sie durch Wägung bestimmt. In gleicher Weise lassen sich auch die übrigen Phasen nacheinander in ein und derselben Flüssigkeit kontinuierlich niederschlagen und einzeln der Wägung zuführen. Bei vorsichtigem Arbeiten haben sich Hahngefäße aus Glas, die eine Beobachtung des Trennungsvorganges gestatten, bis zu 1500 U/min recht gut bewährt; hierbei wurde für die gläsernen Gefäße eine Aufhängevorrichtung, bestehend aus zwei beweglichen Schenkeln (a'), die durch einen verschiebbaren Ring (c), der auf einem Widerlager (d) ruht, zusammengehalten werden, gewählt.

Für höhere Umdrehungszahlen empfiehlt sich die Anwendung von Gefäßen aus Nickel, Hartbronze, V2A-Stahl oder Aluminium (letzteres für Thouletsche Lösungen ver-

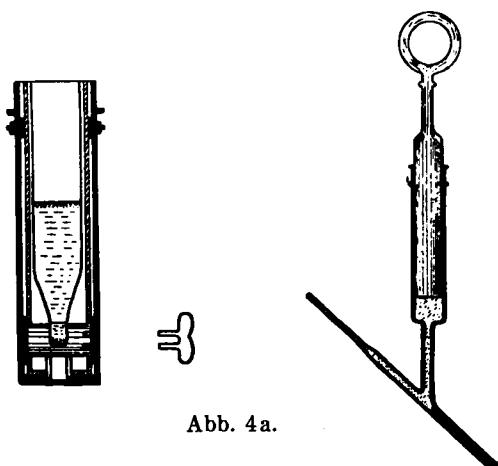


Abb. 4a.

wendbar). Metallene Gefäße sind zwar undurchsichtig, lassen sich jedoch bequem in die Zentrifugenhülsen hineinstellen, da der Hahngriff jederzeit durch einen abnehmbaren Stellschlüssel zu ersetzen ist (Abb. 4 a).

Die Methoden wurden an künstlich hergestellten Phasengemischen ausprobiert. Hierbei sind in fast allen Fällen gute Übereinstimmungen der Werte unter sich wie mit den theoretischen gefunden.

Als Beispiel für den Genauigkeitsgrad der volumetrischen und gravimetrischen Phasentrennung seien die Werte angeführt, die am Plauenschen Syenit ermittelt wurden. Dieses Gestein ist zwar für die Phasentrennung mittels schwerer Lösungen nicht so besonders geeignet, da ein Teil der Feldspäte die gleiche Dichte wie der Quarz zeigt; doch ist gerade der Plauensche Syenit nach der plani-

<sup>4)</sup> W. Kunitz, Eine Schnellmethode der gravimetrischen Phasenanalyse mittels der Zentrifuge, Ztrbl. Mineral., Geol. Paläont. 1931 A.

metrischen Methode von verschiedenen Forschern recht genau und vielseitig untersucht; die Durchschnittswerte der planimetrischen Untersuchung sind zum Vergleich in folgender Tabelle mit angeführt:

| Plauenscher<br>Syenit | Planimetrische Dünnschliffvermessung |                 | Volumetrische<br>Methode<br>Mittelw.<br>v. 2 Best. | Gravimetrische<br>Schnellmethode |      |
|-----------------------|--------------------------------------|-----------------|--|----------------------------------|------|
|                       | nach<br>Beljankin                    | nach<br>Hermann |  | %                                | %    |
| Titanit u. Erz . . .  | 4,30                                 | 3,4             | 4,4  | 4,2                              | 4,1  |
| Hornblende            |                                      |                 |  |                                  |      |
| u. Apatit . . .       | 17,18                                | 18,6            | 17,5   | 18,1                             | 17,8 |
| Quarz . . .           | 11,24                                | 7,5             | 9,6  | 10,3                             | 9,4  |
| Plagioklas . . .      | 33,45                                | 33,2            |  | 31,7                             | 32,8 |
| Orthoklas . . .       | 33,84                                | 37,5            | 68,5   | 35,2                             | 35,5 |
|                       |                                      |                 | 100,00   | 99,5                             | 99,6 |

Die Werte für den Quarz liegen etwas höher als sie die Dünnschliffvermessung ergibt; ein Abrauchen mit Flußsäure der Quarzphase, welche nach der gravimetrischen Methode erhalten war, ergab einen Rückstand, der einer Beimischung von etwa 2% Feldspat entsprach<sup>5).</sup>

Der Anwendungsbereich der Phasentrennungen mittels schwerer Lösungen ist ausschließlich an die Dichteunterschiede der Phasen geknüpft. Bei Benutzung der Zentrifuge können dabei noch recht geringe Dichteunterschiede für die Trennungen ausgenutzt werden. So gelang es, Mischkristalle, wie die Feldspäte der Gesteine, in mehrere Fraktionen zu zerlegen, die den verschiedenen Mischungsverhältnissen entsprachen. Die Größe und Verwachung der einzelnen Phasen ist für die Trennung bei Anwendung der Zentrifuge von mehr untergeordneter Bedeutung. Selbst die Grundmasse des Quarzporphyres, die aus mikroskopisch kleinen Kristallchen besteht, konnte als staubfeines Pulver mittels einer hochtourigen Zentrifuge zerlegt werden. Der Bereich der schweren Lösungen ist heute schon ein recht hoher. So läßt sich die Clerc'sche Lösung, die sich infolge ihrer geringen Viscosität und ihrer Verdünnbarkeit mit Wasser für viele Gesteinstrennungen besonders gut eignet, auf eine maximale Dichte von 4,2 bringen. Von organischen Flüssigkeiten eignet sich namentlich für Salztrennungen Acetylentetrabromid mit der Dichte 3,0 (verdünnbar durch organische Lösungsmittel). Für noch höhere Dichten als 4,2, wie sie für die Trennung von Erzen in Frage kommen, müssen Salzsämelzen angewandt werden. F. v. Wolff<sup>6)</sup> hat hierfür eine Schmelzzentrifuge (durch die Firma Hugershoff in Leipzig zu beziehen) konstruiert, die sich als Universalzentrifuge für alle Trennungen eignet. Einer Bequemlichkeit im Gebrauch der schweren Lösungen stehen die hohen Anschaffungskosten gegenüber; doch lassen sich diese dadurch sehr herabsetzen, daß man die Lösungen nach der Trennung durch einfaches Eindampfen auf dem Wasserbad ohne Verlust wiedergewinnen kann; man kann auf diese Weise mit 100 cm<sup>3</sup> Trennungslösung über hundert Phasenanalysen durchführen. Die Schnelligkeit und die Leichtigkeit in der Handhabung, mit der sie jetzt durchzuführen sind, empfiehlt eine Phasenanalyse mittels der Zentrifuge in allen Fällen, wo es sich um Zerlegung von Phasengemischen handelt. Liegen die Dichteunterschiede der einzelnen Phasen ungünstig, so kann man die Zentrifugenanalyse leicht mit der chemischen Analyse und der planimetrischen Dünnschliff-

<sup>5)</sup> Weitere Belege: Vgl. d. Zusammenstellg. in v. Wolff-Jäger, Die mechanische Phasenanalyse, Handb. biolog. Arbeitsmethoden X, 995—1018 [1930].

<sup>6)</sup> F. v. Wolff a. a. O. Vgl. auch Jäger, Trennung fester Phasen in schweren Flüssigkeiten und Schmelzen mit Hilfe der Zentrifuge, Glückauf 1930, 661/62.

vermessung kombinieren. So bildet denn die Phasentrennung mittels der Zentrifuge für den Analytiker eine wertvolle Ergänzung der chemischen Analyse. In einigen Fällen, wenn mit der Dichte auch die chemische Zusammensetzung der Phasen bekannt ist, wie bei zahlreichen Mineralien, vermag die Phasenanalyse die chemische Analyse sogar vollständig zu ersetzen. Hieraus ergibt sich die Bedeutung, die der Phasenanalyse für analytische Untersuchungen zuzuweisen ist. Da aber auf dem gleichen Wege Phasen isoliert und rein gewonnen werden, ferner Phasengemische, wie Kohlen,

weitgehend aufbereitet werden, endlich Legierungen mittels der Schmelzentrifuge künstlich gesaigert werden können, dürften die Zentrifugentrennungen mittels schwerer Lösung oder im Schmelzfluß auch für synthetische Arbeiten einiges Interesse beanspruchen. Liegen Dichteunterschiede in den Phasen vor und ist die geeignete Trennungsflüssigkeit gefunden, so hat der synthetisch arbeitende Chemiker hierdurch ein Mittel, Stoffe noch auf mechanischem Wege zu isolieren, wo chemische Reinigungsmethoden, wie Destillation, Sublimation, Kristallisation, versagen. [A. 126.]

## VERSAMMLUNGSBERICHTE

### Schmiermittelkongress in Straßburg

Congrès du Graissage.

Straßburg, 20. bis 26. Juli 1931.

Unter dem Vorsitz von Herrn P. Dumanois, Direktor des Landesamtes für flüssige Brennstoffe, fand unter zahlreicher Beteiligung fast aller europäischen Länder der zweite Schmiermittelkongress Frankreichs statt. Die Vorträge, die voraussichtlich Ende des Jahres in Buchform erscheinen werden<sup>1)</sup>, hielten sich auf beachtlicher Höhe. Über Ölstudien, Untersuchungsmethoden und Apparate, physikalische und chemische Eigenschaften, künstliche Alterung von Transformatoren- und Turbinenölen wurden dreißig Vorträge gehalten, über Verwendungszweck von Schmierölen, Theorie der Schmierwirkung, Schmierung in Verbrennungsmotoren, Lokomotiven, Turbinen, Kompressoren und Flugzeugen sprachen zwanzig Chemiker und Ingenieure. Dem Gebiete der Produktionsfragen waren fünf Vorträge gewidmet. Während der Tagung wurde die Ecole nationale supérieure du Pétrol et des combustibles liquide eingehend besichtigt sowie das französische Erdölgebiet und die Raffinerie in Pechelbronn. Weiterhin wurden die Tankanlagen im Straßburger Hafen besucht, anschließend fand ein Empfang und Besichtigung der Großen Mühle statt; der Automobil-Klub von Elsaß empfing ebenfalls die Kongreßteilnehmer.

Den Abschluß des außerordentlich interessanten Kongresses bildete ein Tagesausflug in die Vogesen, Haut-Bart, Zabern, Dabo. Auf dem Schlußbankett, zu dem von der Straßburger Handelskammer die Einladung erging, dankte Dr. K. O. Müller, für die Studiengesellschaft für Höchstspannungsanlagen E. V., für die Gesellschaft zur Förderung der Braunkohlen- und Mineralölindustrie an der Technischen Hochschule Berlin, und als Vertreter des Vereins deutscher Chemiker, im Namen aller ausländischen Kongreßteilnehmer. Von den vielen Ansprachen seien folgende besonders erwähnt: Herrn Schmidt, Präsident der Handelskammer und Aufsichtsrat der Pechelbronner Raffinerien, über die geschichtliche Entwicklung der elsässischen Erdölindustrie, P. Dumanois über Standardisierung der Untersuchungsmethode und internationaler Austausch und Zusammenarbeit, Prof. H. Weiß, Überblick über die während des Kongresses gehaltenen wissenschaftlichen und technischen Vorträge.

J. Herbrich: „Farbbestimmung von Schmierölen.“

Obwohl die Farbe eines Öles keine Schlüsse auf die Schmier-eigenschaften oder das Alterungsvermögen zuläßt, spielt doch das Problem der Colorimetrie eine große Rolle in den Raffinerien, um den Reinheitsgrad der Öle während der Herstellung zu verfolgen. Vortr. hat unter Benutzung des Dubosq- und Lovibond-Colorimeters ein Verfahren ausgearbeitet, bei dem er die Farbe eines Öles im Vergleich zu weniger oder stärker gefärbten Gläsern feststellt. Die Methode ist schnell, einfach und liefert genau reproduzierbare Werte.

Terbougooff: „Mitteilungen über die Untersuchung von Schmierölen.“

1. Säurezahlbestimmung in dunklen Mineralölen. Entgegen den Empfehlungen des Ausschusses IX des Deutschen Verbandes für Materialprüfungen (9. 3. 30), bei der Säurezahlbestimmung in dunklen Mineralölen die Methode Holdé anzuwenden, hat Vortr. Vergleichsversuche mit der

<sup>1)</sup> Secrétariat du congrès du graissage, M. Burgart, Paris VI, 85, Boulevard du Montparnasse.

Methode Mahler ausgeführt und gefunden, daß bei großer Zeitersparnis die Methode Mahler zuverlässigere Werte liefert. 10 g Öl werden in einem Erlenmeyerkolben von 250 cm<sup>3</sup> mit 25 cm<sup>3</sup> neutralisiertem absolutem Alkohol während einer Stunde gekocht und dann mit  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  titriert. Ein Blindversuch muß gleichzeitig ausgeführt werden.

2. Kontraktion bei der Viscositätsbestimmung. Die handelsüblichen Viscositätsbestimmungen beruhen im Prinzip auf der Methode von Poisseuille, bei der die Ausflußzeit der Flüssigkeit aus einer Capillare gemessen wird. Zweifelsohne müßte auch das Ölvolume bei der Ausflußtemperatur gemessen werden, während aber bei dem Engler-, Redwood- und Saybolt-Viscosimeter die Auffanggefäß nicht gegen Abkühlung geschützt sind. Vergleichsversuche haben aber ergeben, daß die dabei auftretenden Kontraktionsfehler selbst bei 100° so gering sind, daß sie bei handelsüblichen Messungen vernachlässigt werden können.

3. Gefrierpunkt von Mineralölmischungen. In Fortsetzung seiner Veröffentlichungen (Petroleum 1929, Nr. 36) stellt Vortr. nochmals fest, daß der Gefrierpunkt von in der Wärme hergestellten Mischungen sofort nach dem Erkalten im allgemeinen viel höher liegt als der Gefrierpunkt, der etliche Tage später gefunden wird.

4. Gewinnung eines Öls von hoher Viscosität ohne Erhitzung. Der Preisunterschied von Zylinderölen mit der Viscosität 6,8 und 5,5 bei 100° haben Vortr. veranlaßt, ein Verfahren auszuarbeiten, um 75% eines Öls von hoher Viscosität (6,9) aus einem Zylinderöl von der Viscosität 5,5 zu erhalten. 1 Vol. Zylinderöl von der Viscosität 5,5 wird in 2 Vol. Äther in einem Scheidetrichter gelöst und 1 Vol. 96%iger Alkohol zugefügt. Nach heftigem Durchschütteln läßt er absitzen und trennt die beiden Schichten, die gesondert aufgearbeitet werden. Nach Abdestillieren der Lösungsmittel trocknet er bei 100—105°. Aus der unteren Schicht (25%) erhält er ein helles Zylinderöl mit der Viscosität 4,6 bei 100°, während die obere Schicht (75%) ein Zylinderöl mit der Viscosität 6,9 bei 100° ergibt. —

Ing. Reinhardt: „Über schwach compoundierte Öle.“

Vortr. hat gefunden, daß er mit Kiflingscher Teerzählgelage noch geringere Zusätze als 0,1% von fettem Öl zu Mineralölen durch Verseifung während mehrerer Stunden feststellen kann. —

E. Vellinger: „Die potentiometrische Titration von Mineralölsäuren mit der Antimonelektrode.“

Die Titration einer Säure, die in verschiedenen organischen Lösungsmitteln, wie Alkohol-Äther oder Amylalkohol, gelöst ist, mittels der Antimonelektrode gibt eine Neutralisationskurve analog solchen in wässrigen Lösungen. Der Knickpunkt der Neutralisationskurve gibt verschiedene Werte je nach der Natur der Säure. Diese Eigentümlichkeit erlaubt, mit großer Genauigkeit Mineralsäuren von organischen Säuren zu unterscheiden. Die Arbeitsweise wurde auf Mineralölprodukte übertragen. —

E. Vellinger: „Spektrumsveränderung bei der Alterung von Mineralölen.“

Die Absorption der Asphaltstoffe, die bei der Alterung von Mineralölen sich abscheiden, ist variabel je nach der Provenienz und dem Raffinationsgrad der Öle. Der im Öl ausgefallene Schlamm hat immer eine größere Absorptionskonstante als der Schlamm, der durch Ausfällen mit Normalbenzin erhalten wurde. Die Absorptionskonstante ändert sich kaum oder nicht als Funktion der Erhitzungsdauer. —