

Wege in die Flasche C von ihm noch anhaftender Proben-Substanz gereinigt, und andererseits dringt das durch das Amalgam in der Flasche C verdrängte Wasser in den Trichter zur Probe, so daß bei vorsichtigem Arbeiten kein Substanzverlust an der Probe möglich ist. Ist das Zinkamalgam entfernt, kann man die Flasche C samt dem Gummischlauch abnehmen, leitet abermals einen sehr langsamem CO_2 -Strom durch den Reduktor und titriert hierauf mit einer FeCl_3 -Lösung im Überschuß, die ungefähr 0,003 g Fe pro 1 cm³ Lösung enthält. Nach eingetretener Entfärbung, die über grün, blau nach farblos erfolgt, wird die Probe quantitativ in einem Titrierkolben gespült und nach Zusatz von 5 cm³ konz. KCNS-Lösung als Indikator das unverbrauchte FeCl_3 mit Titantrichlorid im CO_2 -Strom zurücktitriert. Zu beachten ist dabei, daß man auch im Titrierkolben die Luft vorher durch CO_2 verdrängt.

Die Endreaktion ist leicht an dem Umschlag von der Farbe des Ferrirhodanids in farblos zu erkennen. Da man hierbei leicht übertitriert, ist es ratsam, nur bis zu einem hellgelben Farnton zu titrieren, da dieser meist nach kurzem Schütteln bereits verschwindet. Die TiCl_3 -Lösung wurde so gewählt, daß auf 1 cm³ FeCl_3 etwa 2 cm³ der TiCl_3 -Lösung kamen. Es wurden 25 cm³ 15%- TiCl_3 -Lösung auf 500 cm³ verdünnt und die Titration in einer automatischen Bürette vorgenommen. Es ist erforderlich, vor jeder Analysenserie den Wirkungswert der TiCl_3 -Lösung in bezug auf FeCl_3 zu kontrollieren, weil der Titer der TiCl_3 -Lösung nicht lange konstant bleibt. Die Weinsäure stört bei dieser Bestimmung nicht.

$$\text{Nb}_2\text{O}_5 : 4\text{Fe} = x : \text{g Fe/cm}^3$$

$$\text{g Nb}_2\text{O}_5 = \frac{268 \cdot \text{Titer d. FeCl}_3\text{-Lösung}}{224} = 1,19 \cdot \text{g Fe/cm}^3$$

In Gewichtsprozenten der Einwaage ausgedrückt, berechnet sich die gefundene Niobsäure Nb_2O_5 wie folgt:

$$\text{Gewichtsprozente Nb}_2\text{O}_5 = \frac{119 \cdot \text{Titer d. FeCl}_3\text{-Lösung/cm}^3}{a}$$

wobei a das Gewicht der Einwaage bedeutet.

Eingewogen Nb_2O_5		Gefunden Nb_2O_5
	g	g
1.	0,1462	0,1458
2.	0,0731	0,0725
3.	0,2103	0,2099
4.	0,1067	0,1064
5.	0,0135	0,0132

Da bekanntlich die Tantalsäure nur bei Weißglut im Wasserstoffstrom zu grauem Ta_2O_5 reduziert wird, während alle anderen Reduktionsmittel ohne Einfluß sind, wurden auch Analysen der Niobsäure bei Gegenwart von Tantalsäure ausgeführt und dabei folgende Ergebnisse erzielt:

	Eingewogen Nb_2O_5	Eingewogen Ta_2O_5	Gefunden Nb_2O_5
	g	g	g
1.	0,1358	0,0824	0,1355
2.	0,0679	0,1648	0,0674
3.	0,2281	0,0412	0,2276
4.	0,0945	0,2365	0,0941
5.	0,0349	0,1478	0,0345

VERSAMMLUNGSBERICHTE

Deutsche Keramische Gesellschaft.

Berlin, 18. Januar 1933.

Vorsitzender: Dr. Harkort, Velten.

Fabrikationsfehler, ihre Ursachen und Vermeidung.

Dr. M. Pulfrich, Berlin: „Fabrikationsfehler in der Grobkeramik (Ziegel-, Ofenkachel-, Steinzeug- und feuerfeste Industrie).“

Fabrikationsfehler können bei den Rohstoffen durch ungünstige Eigenschaften oder durch schädliche Bestandteile wie Schwefelkies, Kalk, Gips, Quarz entstehen, beim Abbau durch Ungleichmäßigkeiten des Rohstoffes und durch Wechsel von nicht geeignetem Material, in der Aufbereitung durch

Diese Bestimmung ist in einer Stunde ausführbar, wenn Lösung und Apparatur vorbereitet sind.

Arbeitsvorschrift:

a) Herstellung der Lösung: 0,1—0,2 g eines Gemisches der beiden Erdsäuren wird mit der fünfzehnfachen Gewichtsmenge KHSO_4 im Quarziegel aufgeschlossen, die Schmelze in einem Jenaer Becherglas resp. Platinenschale in der Weise in konz. Schwefelsäure aufgenommen, daß man der erkaltenen Schmelze 10 cm³ konz. H_2SO_4 zusetzt, bis zum Schmelzen erhitzt und hierauf den Tiegelinhalt quantitativ in die Platinenschale resp. in das Becherglas entleert. Diese schwefelsaure Nioblösung von der wahrscheinlichen Zusammensetzung $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot \text{SO}_4$ wird mit 150 cm³ Wasser in der Weise verdünnt, indem man diese mit 10 cm³ konz. Schwefelsäure versetzt, 5 g Weinsäure hinzusetzt und die schwefelsaure Lösung langsam unter Schütteln des Kolbens einträgt.

b) Reduktion: Während des Aufschlusses wird der Reduktor samt Kohlensäurekipp sowie auch Büretten für die FeCl_3 -Lösung und eine automatische Bürette für die Titration mit TiCl_3 im CO_2 -Strom vorbereitet.

Hierauf werden 50—100 cm³ der Probe auf etwa 80° erhitzt, in den Trichter B des Reduktors gebracht, CO_2 bei offenen Hähnen a und b durch den Reduktor geleitet, dann 200 g Zinkamalgam (3%) auf 100° erhitzt und in den Trichter B gebracht, alle Hähne geschlossen und die Reduktion durch kräftiges Schütteln eingeleitet. Das Wasser der Heizschlange, die zweckmäßig den Reduktor auf konstanter Temperatur zu halten hat, soll eine Temperatur von ungefähr 90° haben. Wenn nach ungefähr einer Stunde der Inhalt des Trichters eine tief-schwarze Farbe angenommen hat und in dünner Schicht dunkelolivgrün erscheint, wird abermals CO_2 eingeleitet, das Zinkamalgam bei offenem Hahn c durch wiederholtes Zusammendrücken des Gummischlauches restlos entfernt und dann im Reduktor mit FeCl_3 -Lösung im Überschuß titriert, während man gleichzeitig einen langsamem CO_2 -Strom durchleitet. Der Überschuß an FeCl_3 wird mit TiCl_3 zurücktitriert, dessen Wirkungswert in bezug auf FeCl_3 bekannt ist. Als Indikator werden 5 cm³ konz. KCNS-Lösung zugesetzt und bis zum Umschlag vom Rot des Ferrirhodanids auf farblos titriert.

[A. 80.]

Berichtigung

zum Aufsatz D'Ans „Phasentheoretisch interessante wässrige Salzsysteme. Die Gewinnung des Rubidiums aus Carnallit“. Seite 493, rechte Spalte, Zeile 1 von oben: statt „RbCl“ muß es „Rubidium-carnallit“ heißen.

unzweckmäßige Zerkleinerung und Zerteilung, ferner durch Zusätze, Magerung, Sinterung, die die Standfestigkeit und die Farbe beeinflussen. Bei der Formung spielt die Strukturbildung, die ungleichmäßige oder zu geringe Verdichtung eine Rolle, ferner ist der Einfluß der Formen zu berücksichtigen. Bei der Trocknung können Fehler entstehen durch unrichtige Dauer, Temperatur, Feuchtigkeit, ferner durch Rauchgase bei künstlicher Trocknung und durch mangelnde Trockenfestigkeit. Zu großer Schwund kann zum Zerreissen oder Verziehen führen. Beim Brennen sind Fehler möglich durch unrichtige Dauer, durch falsche Höhe der Temperatur, weiter durch ungleichmäßige Temperaturverteilung, es kann mangelnde Brennfestigkeit auftreten oder zu großer Schwund, Wachsen, Blähen, Erweichen, Schmelzen, Ausschmelzen, neben Brenn- und Kührlässen oder Absprenzungen, sowie Verfärbungen, Engobe-