

Wege in die Flasche C von ihm noch anhaftender Proben-
substanz gereinigt, und andererseits dringt das durch das Amal-
gam 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 langsamen CO₂-Strom durch den Reduktor
und titriert hierauf mit einer FeCl₃-Lösung im Überschuß, die
ungefähr 0,003 g Fe pro 1 cm³ Lösung enthält. Nach ein-
getretener 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 un-
verbrauchte FeCl₃ mit Titantrichlorid im CO₂-Strom zurück-
titriert. Zu beachten ist dabei, daß man auch im Titrierkolben
die Luft vorher durch CO₂ 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
Farbton zu titrieren, da dieser meist nach kurzem Schütteln
bereits verschwindet. Die TiCl₃-Lösung wurde so gewählt, daß
auf 1 cm³ FeCl₃ etwa 2 cm³ der TiCl₃-Lösung kamen. Es wurden
25 cm³ 15%-TiCl₃-Lösung auf 500 cm³ verdünnt und die Tita-
tion in einer automatischen Bürette vorgenommen. Es ist er-
forderlich, vor jeder Analysenserie den Wirkungswert der
TiCl₃-Lösung in bezug auf FeCl₃ zu kontrollieren, weil der Titer
der TiCl₃-Lösung nicht lange konstant bleibt. Die Weinsäure
stört bei dieser Bestimmung nicht.

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

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

In Gewichtsprozenten der Einwaage ausgedrückt, berechnet sich
die gefundene Niobsäure Nb₂O₅ 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 ₂ O ₅ g	Gefunden Nb ₂ O ₅ 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 Ta₂O₅ reduziert wird,
während alle anderen Reduktionsmittel ohne Einfluß
sind, wurden auch Analysen der Niobsäure bei Gegen-
wart von Tantalsäure ausgeführt und dabei folgende
Ergebnisse erzielt:

	Eingewogen Nb ₂ O ₅ g	Eingewogen Ta ₂ O ₅ g	Gefunden Nb ₂ O ₅ 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

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

Arbeitsvorschrift:

a) Herstellung der Lösung: 0,1—0,2 g eines Ge-
mischtes der beiden Erdsäuren wird mit der fünffachen
Gewichtsmenge KHSO₄ im Quarztiegel aufgeschlossen,
die Schmelze in einem Jenaer Becherglas resp. Platin-
schale in der Weise in konz. Schwefelsäure aufgenommen,
daß man der erkalteten Schmelze 10 cm³ konz. H₂SO₄ zu-
setzt, bis zum Schmelzen erhitzt und hierauf den Tiegel-
inhalt quantitativ in die Platinschale resp. in das Becher-
glas entleert. Diese schwefelsaure Nioblösung von der
wahrscheinlichen Zusammensetzung Nb₂O₅·SO₄ 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 FeCl₃-Lösung und eine automatische Bürette für
die Titration mit TiCl₃ im CO₂-Strom vorbereitet.

Hierauf werden 50—100 cm³ der Probe auf etwa 80°
erhitzt, in den Trichter B des Reduktors gebracht, CO₂
bei offenen Hähnen a und b durch den Reduktor ge-
leitet, 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 Re-
duktor auf konstanter Temperatur zu halten hat, soll eine
Temperatur von ungefähr 90° haben. Wenn nach unge-
fähr einer Stunde der Inhalt des Trichters eine tief-
schwarze Farbe angenommen hat und in dünner Schicht
dunkelolivgrün erscheint, wird abermals CO₂ eingeleitet,
das Zinkamalgam bei offenem Hahn c durch wieder-
holtes Zusammendrücken des Gummischlauches restlos
entfernt und dann im Reduktor mit FeCl₃-Lösung im
Überschuß titriert, während man gleichzeitig einen lang-
samen CO₂-Strom durchleitet. Der Überschuß an FeCl₃
wird mit TiCl₃ zurücktitriert, dessen Wirkungswert in
bezug auf FeCl₃ bekannt ist. Als Indikator werden
5 cm³ konz. KCNS-Lösung zugesetzt und bis zum Um-
schlag vom Rot des Ferrirhodanids auf farblos titriert.

[A. 80.]

Berichtigung

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

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 nichtgeeignetem Material, in der Aufbereitung durch

unzweckmäßige Zerkleinerung und Zerteilung, ferner durch Zu-
sätze, Magerung, Sinterung, die die Standfestigkeit und die
Farbe beeinflussen. Bei der Formung spielt die Struktur-
bildung, die ungleichmäßige oder zu geringe Verdichtung eine
Rolle, ferner ist der Einfluß der Formen zu berücksichtigen.
Bei der Trocknung können Fehler entstehen durch un-
richtige Dauer, Temperatur, Feuchtigkeit, ferner durch Rauch-
gase bei künstlicher Trocknung und durch mangelnde Trocken-
festigkeit. Zu großer Schwund kann zum Zerreißen oder Ver-
ziehen führen. Beim Brennen sind Fehler möglich durch
unrichtige Dauer, durch falsche Höhe der Temperatur, weiter
durch ungleichmäßige Temperaturverteilung, es kann mangelnde
Breunfestigkeit auftreten oder zu großer Schwund, Wachsen,
Blähen, Erweichen, Schmelzen, Ausschmelzen, neben Brenn- und
Kühlrissen oder Absprengungen, sowie Verfärbungen, Engobe-