

Apparatur zerlegt zu werden braucht; nur hinter dem ersten Kaliumjodidgefäß muß man nach Beendigung der Analyse den Schliff öffnen, um die Jodlösung bequem herauspülen zu können. Die Dauer einer Bestimmung beträgt einschließlich der Zeit für Reinigen, Einfüllen, Ausspülen und Titrieren insgesamt 2—3 h.

#### Ausführung der Bestimmung.

Man füllt zunächst Gefäß II mit gesättigter Natriumbicarbonatlösung, Gefäß III mit 3—4 g Kaliumjodid und 10%iger Salzsäure, Kontrollgefäß IV mit einigen Körnchen Kaliumjodid und verdünnter Salzsäure und die Waschflasche V mit Kaliumpermanganatlösung und einigen Kubikzentimetern konz. Schwefelsäure. Nun wird während 15 min ein lebhafter Kohlensäurestrom durch die Apparatur geschickt; dann wird der CO<sub>2</sub>-Strom abgestellt, und in das Entwicklungsgefäß I werden die Methylalkohollösung, 10 cm<sup>3</sup> gesättigte Natriumnitritlösung und 25 cm<sup>3</sup> 25%ige Essigsäure eingefüllt.

Da im Entwicklungsgefäß ein gewisser durch die Wassersäulen der Absorptionsgefäße und die Widerstände in den Glasritten bedingter Überdruck herrscht, ist ein Einfüllen von Flüssigkeit durch den Trichter T 1 nicht ohne weiteres möglich. Deshalb ist zwischen Gefäß I und II ein Dreiegehahn eingeschaltet. Durch häufiges Öffnen des Hahnes läßt man die durch die eingefüllte Lösung verdrängte Kohlensäure entweichen, wobei man aber darauf zu achten hat, daß der rechts vom Hahn befindliche Teil der Apparatur abgeschlossen bleibt, bis der CO<sub>2</sub>-Strom wieder eingeschaltet wird.

Die Genauigkeit der Bestimmung ist bei dieser Apparatur in ziemlich weiten Grenzen unabhängig von der Geschwindigkeit des CO<sub>2</sub>-Stromes. Am günstigsten sind Geschwindigkeiten von 3 bis 10 l/h. Bei einer mittleren Geschwindigkeit von 100 cm<sup>3</sup>/min bzw. 6 l/h wird nach 1 h die Flüssigkeit aus dem Entwicklungsgefäß abgelassen. Man läßt noch weitere 15 min CO<sub>2</sub> durch den Apparat gehen und titriert dann die Jodlösung mit  $\frac{1}{10}$  Natriumthiosulfat. Für technische Analysen, für die eine peinliche Genauigkeit nicht erforderlich ist, genügt bei lebhaftem Gasstrom  $\frac{1}{2}$  h für die Reaktion vollkommen.

Besonders bei stark verdünnten und mit anderen organischen Substanzen (außer den niedrigen aliphatischen Alkoholen) verunreinigten Lösungen, wie sie z. B. in tierischen und pflanzlichen Lösungen, in Produkten der Holzdestillation und anderen technischen Prozessen vorkommen, erreicht außer der ziemlich teuren und auch nicht in allen Fällen anwendbaren Methode nach Zeisel keine andere der bekannten Bestimmungsmethoden die Zuverlässigkeit und Genauigkeit der oben angeführten Vorschrift. Es ist in den meisten Fällen gar nicht nötig, durch Destillation eine Anreicherung oder teilweise Reinigung der Lösungen bewirken zu wollen. Selbst bei stark verdünnten Lösungen, z. B. bei 0,5—0,01%igen Lösungen, ist die Bestimmung noch genau. Weniger als 10 mg bestimmen zu wollen, ist nicht ratsam, es sei denn, daß man die gesamte Apparatur wesentlich kleiner dimensioniert und auch den Kohlensäurestrom entsprechend reduziert.

In der folgenden Zahlentafel sind einige Analysenverdünnter Methylalkohollösungen angeführt:

g Methylalkohol angewandt	% Methylalkohol gefunden	Maximale Fehler %
0,0975 (in reiner Lösung)	99,97 (Mittelw. von 3 Bestimmg.)	+0,85; —0,80
0,0998 (in reiner Lösung)	100,04 (Mittelw. von 3 Bestimmg.)	+0,62; —0,47
0,2434 (in reiner Lösung)	100,43 (Mittelw. von 2 Bestimmg.)	+1,09; —0,23
0,1274 (mit Aceton unreinigt) . . . . .	100,99	+0,99
0,1274 (mit Furfurol unreinigt) . . . . .	99,69	—0,31
0,1274*) (sehr stark unreinigt) . . . . .	101,96	+1,96

\*) s. oben Text.

[A. 30.]

## Zur analytischen Chemie des Tantals und des Niobs\*).

Von Dipl.-Ing. Dr. techn. VICTOR SCHWARZ, Hamburg.

(Eingeg. 28. September 1933.)

Die Untersuchungen, die sich mit den chemisch-analytischen Eigenschaften dieser beiden Elemente bisher befaßten, müssen immer zusammen besprochen werden, weil Tantal und Niob in der Natur fast immer zusammen vorkommen und so ähnliche Eigenschaften besitzen, daß es sehr lange gedauert hat, bis man diese seltenen Metalle in reinem Zustande isolieren konnte.

Nachbarn des Niobs im Periodischen System sind Zirkon und Molybdän, des Tantals Wolfram und Hafnium. Antimon und Wismut sind in der 5. Hauptgruppe die dem Niob und Tantal entsprechenden Elemente. Spezifisches Gewicht, Schmelzpunkt und Duktilität von Vanadin, Niob und Tantal nehmen mit steigendem Atomgewicht zu. So ist z. B. Vanadin hämmerbar, Niob kann man zu Band walzen, während Tantal zu Drähten von 0,03 mm Durchmesser gezogen werden kann.

Während das Vanadin mehrere Verbindungen niedriger Oxydationsstufen und zwar die 4-, 3-, 2- und 1-wertige Stufe liefert, sind vom Niob keine dem V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> entsprechenden Verbindungen bekannt. Auch scheint die Neigung der Salze dieser drei Elemente zur Hydrolyse ebenfalls mit steigendem Atomgewicht zuzunehmen. Werden die stark sauren Lösungen des 5-wertigen Niobs mit Zink reduziert, so entstehen olivgrüne Lösungen der dreiwertigen Stufe, von welcher bisher nur NbCl<sub>3</sub> mit Sicherheit bekannt ist. Dagegen sind vom Tantal

keine Verbindungen der dreiwertigen Stufe bekannt, und auch die fünfwertigen Tantalverbindungen werden durch Zn nicht reduziert; bekannt ist nur das grauschwarze Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Da Niob in Tantal-Metall den Schmelzpunkt erniedrigt und die Elastizität und Walzbarkeit vermindert, ist eine quantitative Trennung erforderlich.

Die 1866 veröffentlichte Methode von Marignac<sup>1)</sup>, die noch heute angewendet wird, besteht in einem fraktionierten Auskristallisieren des Kaliumtantalfluorids K<sub>2</sub>TaF<sub>7</sub>, während Nioboxyfluorkalium K<sub>2</sub>NbOF<sub>5</sub>·H<sub>2</sub>O in der Mutterlauge gelöst bleibt. Aber man benötigt dazu viel Platingeräte, und das dreimalige Umkristallisieren erfordert viel Zeit. Alle übrigen Methoden konnten sich in der analytischen Praxis nicht durchsetzen.

1926 veröffentlichten Powell u. Schoeller<sup>2)</sup> eine Methode zur Tantal-Niob-Trennung mit Hilfe der hydrolytischen Spaltung der Tantal- bzw. Nioboxalsäure bei Gegenwart von Gerbsäure. Die Tantaloxalsäure ist nur bei einer bestimmten Oxalsäurekonzentration beständig, so daß teilweise oder vollständige Neutralisation die Abscheidung der Tantalsäure zur Folge hat, wogegen die Nioboxalsäure viel beständiger ist. Gerbsäure begünstigt diese Spaltung der Tantaloxalsäure in kochender schwach saurer Lösung, wobei nicht die weiße Tantalsäure, sondern der schwefelgelbe Tantalgerbsäurekomplex ausfällt. Die Nioboxalsäure dagegen wird erst bei niedrigerem Säuregehalt der Lösung und höherer Gerbsäurekonzentration gespalten und fällt dann ebenfalls nicht als weiße Nioboxalsäure, sondern als zinnoberroter Niobgerbsäureadsorptionskomplex.

<sup>1)</sup> Marignac, Ann. chim. Phys. (4) 63 [1866].

<sup>2)</sup> Powell u. Schoeller, Ztschr. anorgan. allg. Chem. 151, 221.

\*) Die Untersuchungen wurden seinerzeit auf Anregung Prof. Dr.-Ing. Mosers im Institut für analytische Chemie der Technischen Hochschule Wien ausgeführt.

Von ausschlaggebender Bedeutung ist die genaue Einstellung der Säurekonzentration; der Niobgerbsäure-niederschlag geht bei einer Azidität bereits wieder in Lösung, bei der auch die Tantalgerbsäure schon teilweise mitgelöst wird und andererseits fällt bei der höheren Säurekonzentration fast die gesamte Tantalgerbsäure aus, die aber adsorptiv mitgefällte Niobgerbsäure enthält. Dieses Intervall im Verhalten der Tantal- und Niobgerbsäure zu der Azidität, bei der sie gebildet werden, resp. wieder in Lösung gehen, zu vergrößern, ist eigentlich der Kernpunkt bei allen Fragen, die sich mit einer Niob-Tantal-Trennung befassen. Nachfolgende Versuche sollten einen Weg finden, dies zu ermöglichen.

Viele lösliche organische mehrwertige Oxyverbindungen bilden mit Schwermetallionen in alkalischer Lösung Komplexverbindungen. Abgesehen von der Weinsäure, Citronensäure usw., scheint die Sulfosalicylsäure  $C_6H_3 \cdot OH \cdot COOH \cdot SO_3H$  besonders geeignet, weil sie bei Atmosphärendruck schon bei ungefähr  $280^\circ$  sublimiert und durch Eindampfen und schwaches Erhitzen quantitativ entferbar und leicht löslich ist. Auch die drei voneinander verschiedenen reaktionsfähigen Gruppen ermöglichen eine vielseitige Anwendung, und man kann durch Zusatz von Salzen entsprechender Säuren entweder nur die Phenolgruppe oder die Phenol- und Carboxylgruppe oder auch alle drei in Freiheit setzen, wodurch man verschiedene definierte H'-Konzentrationen erhält<sup>2)</sup>. Im vorliegenden Falle bindet das Ammonoxalat nur die Sulfogruppe der Sulfosalicylsäure, wobei  $C_6H_3 \cdot OH(1)COOH \cdot (2)SO_3NH_4(5)$  entsteht. — Wenn man daher die Nb/Ta-Trennung nach Powell und Schoeller durchführt und vor der Fällung mit Gerbsäure eine genau abgemessene Menge 5%ige Sulfosalicylsäurelösung (8 cm<sup>3</sup> pro 0,05 g Oxydgemisch) der oxalsäuren Erdsäurelösung zusetzt, so ist anzunehmen, daß bei nachfolgender Neutralisation mit NH<sub>3</sub> die Verringerung der Azidität stufenweise erfolgt, derart, daß durch den verschieden stark sauren Charakter der OH- bzw. SO<sub>3</sub>H- und COOH-Gruppe sich die Neutralisation langsamer vollzieht. Das Ende der Tantalgerbsärefällung und die beginnende Niobgerbsärefällung können auf diese Weise besser beobachtet werden, wodurch die Trennung leichter möglich wird.

Diese Annahme bestätigte die Versuche:

Eingewogen g Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Eingewogen g Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Gefunden g Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Differenz
0,0192	0,0610	0,0615	0,0005
0,0384	0,0610	0,0606	0,0004
0,1336	0,0244	0,0247	0,0003
0,2672	0,0399	0,0405	0,0006
0,2843	0,2867	0,2871	0,0004
0,0000	0,1256	0,1254	0,0002

Eine andere Trennungsmöglichkeit bestand in der verschiedenen Beständigkeit der Persäuren; die Darstellung ist aber sehr umständlich und zeitraubend, so daß die Persäuren für eine analytische Verwendung nicht in Betracht kommen.

Der maßanalytischen Bestimmung ist nur das Niob zugänglich, das in stark saurer Lösung bis zur Stufe Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> reduzierbar ist. Die Nachprüfung der in der Literatur angeführten Methoden<sup>4—6)</sup>, die alle darauf beruhen, die salz- oder schwefelsaure Lösung der Niobsäure durch starke Reduktionsmittel wie Zinkstaub, forensisches Zink, Zink- und Cadmiumamalgam in stark saurer Lösung zu annähernd Nb<sup>3+</sup> zu redu-

<sup>3)</sup> Moser u. Yranyi, Monatsh. Chem. 43, 679 [1922].

<sup>4)</sup> A. G. Levy, The Analyst 40, 204; Chem. Ztrbl. 1915, II, 164.

<sup>5)</sup> Osborne, Ber. Dtsch. chem. Ges. 18, 721 [1885].

<sup>6)</sup> Metzger u. Taylor, Ztschr. anorgan. allg. Chem. 62, 383 [1909].

zieren und mit  $\frac{1}{10}$  KMnO<sub>4</sub>-Lösung zu Nb<sup>5+</sup> zu oxydieren, hat ergeben, daß sie für die Anwendung in der Praxis ohne jede Bedeutung sind. — Bei der volumetrischen Niobbestimmung nach Metzger u. Taylor tritt während der Reduktion der mit Bernsteinsäure versetzten schwefelsauren Nioblösung wahrscheinlich in der vierwertigen Oxydationsstufe durch Hydrolyse Spaltung der Niobschwefelsäure ein, die sich durch Ausfallen eines blaufarbigen Niederschlags von Nb<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O zu erkennen gibt. Da diese Reduktion im Jones-Reduktork ausgeführt und im Filtrat die Titration vorgenommen wird, ist es leicht einzusehen, daß dieser bereits vor der beendeten Titration ausfallende Anteil der zu bestimmenden Niobsäure sich der Bestimmung entzieht. Es galt daher ein Verfahren zu finden, nach dem man eine haltbare Niob- bzw. Tantallösung herstellen kann<sup>7)</sup>. Um Hydrolyse zu vermeiden, wurde Weinsäure bzw. Bernsteinsäure, Äpfelsäure oder Sulfsalicylsäure + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> verwendet und beobachtet, daß sich Weinsäure zur Herstellung einer haltbaren Nioblösung am besten eignet.

Bei der leichten Reduzierbarkeit der Nioboxalsäure durch Zink- oder Bleiamalgam bleibt Tantaloxalsäure unverändert. Es war naheliegend, diese Eigenschaft mit der Gerbsäurefällung zu verbinden und so möglicherweise zu einer exakten Trennungsmethode zu gelangen. Da aber durch die Reduktion in salzsaurer Lösung die entsprechenden schwerlöslichen Oxalate ausfallen, mußte versucht werden, die Reduktion auf elektrolytischem Wege durchzuführen, bei dem keine fremden Metallionen in die Lösung gelangen. Auf Grund dieser Überlegung zu einer Nb-Ta-Trennung zu gelangen, war aber nicht möglich, weil die Nioboxalsäure Nb<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> durch Zusatz von ausgekochter Gerbsäurelösung bereits oxydiert wurde.

Die Untersuchung der Einwirkung organischer Aminbasen auf Nioboxalsäure ergab, daß diese mit Hexamethylenetetramin, Dimethylamin, Antipyrin und Anilin nicht reagiert. Dagegen gibt o-Oxychinolin einen schwefelgelben, feinkristallinen Niederschlag von Niob- bzw. Tantsäureoxychinolat. Die Fällung ist quantitativ, aber eine Trennung über diese beiden Salze ist nicht zu erreichen, weil sie beinahe dieselben chemischen Eigenschaften haben. Sie sind beide in Essigsäure, Weinsäure und Sulfosalicylsäure löslich und zeigen auch Mineralsäuren gegenüber kein verschiedenes Verhalten.

**Versuche über das analytische Verhalten der selenigen Säure zu Nb, Ta, Ti und anderen Elementen.** — Da nach Ditte<sup>8)</sup> die Titansäure mit der selenigen Säure eine der Verbindung SnO<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub> analog zusammengesetzte Ti-Verbindung, ein Titanselenit, bildet, wurde auch Nb, Ta sowie eine Reihe anderer Elemente daraufhin untersucht; Ti, Ta, Nb, Fe, Cr, Vd<sup>3+</sup>, Pb, Ag und Hg geben in Mineralsäuren lösliche weiße Selenite. Al, Cu, Zn, Mn, Co, Cd, Tl, W, Mo und Vd<sup>4+</sup> liefern keine Fällungen. Beim Erhitzen geben manche Selenite die selenige Säure vollständig ab, andere teilweise oder überhaupt nicht. Ti-Selenit gibt die H<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub> vollständig ab, wenn man mit NH<sub>4</sub>Cl abraucht, da durch die thermische Dissoziation des Ammonchlorids das hierbei entstehende Chlor sich mit dem Selen zu dem flüchtigen SeCl<sub>2</sub> verbindet. Die Fällung des TiO<sub>2</sub> durch H<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub> ist quantitativ, im Filtrat konnte mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> kein Ti nachgewiesen werden. Vierwertiges Ti gibt mit H<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub> im Überschuß einen weißen flockigen Niederschlag von Ti-Selenit, während das dreiwertige Ti zuerst amorphes rotes Selen fällt, da die H<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub> vom TiCl<sub>3</sub> reduziert wird und das entstandene TiCl<sub>4</sub> erst mit überschüssiger seleniger Säure Ti-Selenit bildet. Freie Oxalsäure, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, Cl<sup>-</sup> oder freie HCl verhindern die Fällung des Ti mit H<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub>. — Da W, Mo und V<sup>5+</sup> mit seleniger Säure gelbe komplexe Lösungen geben, während Ta, Nb und Ti Selenite bilden, ist damit eine Möglichkeit gegeben, diese beiden Gruppen in schwefel-

<sup>7)</sup> Vgl. dazu diese Ztschr. 46, 552 [1933].

<sup>8)</sup> Compt. rend. Acad. Sciences 104, 172; J. B. 549 [1887].

saurer Lösung zu trennen, wenn sie, was bei Tantal- und Nioberzen häufig der Fall ist, nebeneinander vorkommen.

Eine neue Gruppentrennung des Ce, Th, Zr vom Ta, Nb und Ti. Bekanntlich verhindert  $H_2O_2$  auch die Fällung der Ta-, Nb- und Ti-Säure mit  $NH_3$ , während Ce<sup>+++</sup>, Th und Zr durch  $NH_3$  quantitativ gefällt werden. Wenn auch gewöhnlich die Oxalafällung oder

die  $KHSO_4$ -Schmelze zum Ziele führen, kann doch auch diese Trennung manchmal mit Vorteil angewendet werden. Die schwefelsauren Lösungen der Ti-, Ta- und Nb-Säure werden erwärmt, mit einigen Tropfen konz.  $H_2O_2$  oxydiert, wobei auch das Ce in die vierwertige Form übergeht, und mit  $NH_3$  das  $Ce(OH)_4, Th(OH)_4$  und  $Zr(OH)_4$  gefällt. [A. 21.]

## VERSAMMLUNGSBERICHTE

### Südwestdeutsche Bezirksgruppe des Vereins der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure.

Vorsitzender: Prof. Jonas, Darmstadt.

Sitzung vom 8. November 1933.

Dipl.-Ing. H. Hilz, Darmstadt: „Einwirkung wechselnder Schreidioxdkonzentration und Kochzeit auf die Zellstoff-eigenschaften<sup>1)</sup>.“

Untersuchung des Einflusses veränderter  $SO_2$ -Konzentration (4,5%, 8,5% und 13,5% Gesamt- $SO_2$ , bei konstantem CaO-Gehalt von 1%) auf die Zellstoffeigenschaften unter gleichen Temperaturbedingungen ergaben, daß sich die maximalen Zellstoffausbeuten und Festigkeiten bei den drei angewandten  $SO_2$ -Konzentrationen erreichen lassen. Mit zunehmender  $SO_2$ -Konzentration nahmen Ausbeute und Festigkeit bei weichen Stoffen zu, bei harten dagegen ab. Von den beiden von G. Fuchs<sup>2)</sup> gleichzeitig veränderten Kochbedingungen ist die Erhöhung der  $SO_2$ -Konzentration und nicht die Erniedrigung der Kochtemperatur die Ursache der Ausbeute- und Festigkeitssteigerung weicher und bleichfähiger Stoffe. Durch Erhöhung der  $SO_2$ -Konzentration wurden bei unveränderter Kochtemperatur die Kochzeiten bis zur Erreichung gleicher Ausbeuten und Festigkeiten sehr stark erniedrigt. —

Cand. R. Faulmann, Darmstadt: „Beiträge zur chemischen und physikalischen Kennzeichnung von Zellstoffen.“

Zur Kennzeichnung des Pergamentiervermögens wurden die Zellstoffe nach der Jokro-Arbeitsweise nach einer Quelldauer von 30 min bei einer Tourenzahl  $n = 80$  aufgeschlagen, 20, 40 und 60 min bei 6% Stoffdichte und  $n = 175$  gemahlen und in Musterblätter übergeführt. Die beginnende Pergamentierung ist durch das Auftreten von Blasen von 1–2 mm Durchmesser über der nicht leuchtenden, etwa 2 cm hohen Flamme des Bunsenbrenners bei der Blasenprobe gekennzeichnet. Erhält der unter den gewählten Versuchsbedingungen nach der längsten Mahldauer von 40 min pergamentierende Stoff den Pergamentiergrad 0, so geben die je 2 min Mahldauerverkürzung um je eine Einheit steigenden Pergamentiergrade ein brauchbares Maß für die Pergamentierfähigkeit der Stoffe. Genaue Einhaltung des Quadratmetergewichts und der Auslegzeit der Musterblätter im Klimaraum sind bei der Blasenprobe erforderlich. Der nach der Blasenprobe festgestellte Pergamentierpunkt stimmt mit dem Ergebnis der Terpentinölprobe in allen Fällen überein, während die durch das Auftreten der zweiten Durchschlagstelle gekennzeichneten Durchschlagszeiten der Schweineschnalzprobe sehr erheblich schwankten. Das Maximum der Festigkeitswerte wird erst nach dem Pergamentierpunkt erreicht. Die Festigkeitswerte beim Pergamentierpunkt nehmen für ungebleichte Stoffe ab, für gebleichte zu. Analog verhielten sich Quellmittelaufnahme und Tollens-Zahl (Pentosangehalt); die mit dem Pergamentiergrad veränderliche Quellmittelaufnahme und Festigkeit scheinen also durch den Pentosangehalt beeinflußt zu werden. Eine Abhängigkeit der Pergamentierfähigkeit von der Eisenoxydzahl und von der Entquellung der Stoffe durch kochende Alaunlösung konnte nicht nachgewiesen werden. Die Veränderung der Hydrolyserendifferenz mit dem Pergamentiergrad ist geringfügig. —

Cand. O. Morch, Darmstadt: „Einfluß der Preßbedingungen auf die Blattfestigkeit.“ —

Sitzung vom 17. Januar 1934.

Prof. Jonas, Darmstadt: „Festigkeitsbestimmung von Zellstoffen<sup>3)</sup>.“

<sup>1)</sup> Nach Ergebnissen der Diplomarbeit von Cand. Hoy.

<sup>2)</sup> Dissertation Darmstadt 1932.

<sup>3)</sup> Vgl. diese Ztschr. 47, 51 [1934].

An Hand von Diagrammen wird der hohe Grad der Leistungsfähigkeit der Jokro-Geräte für die Festigkeitsbestimmung von Zellstoffen im Vergleich mit anderen Mahl-, Blattbildungs- und Trocknungsgeräten gezeigt<sup>4)</sup>. Durch einige zweckmäßige Änderungen wurden weitere Verbesserungen der Jokro-Geräte und der Jokro-Arbeitsweise erzielt; diese bestehen in einer Rändelung der Innenwandungen der Mahlbüchsen, der Möglichkeit der Herstellung einwandfreier „non-beaten“-Blätter, dem Verzicht auf Pressung und dem Ersatz des Trägerkartons und des Umlufttrockners durch einen denkbar einfachen, elektrisch beheizten Blattabnahm- und -trocknungszyylinder, D. R. P. a. Die im Jokro-Aufschlaggerät oder in der Jokro-Mühle aufgeschlagenen Stoffe besitzen gegenüber den in anderen Geräten, wie im Valley-Holländer, im britischen Desintegrator oder im Cameron-Aufschlaggerät aufgeschlagenen die niedrigsten Festigkeitswerte. Vortr. schlägt vor, als Ausgangspunkt der Mahlkurven den nach 20 min Aufschlagdauer in der Jokro-Mühle erhaltenen „non-beaten“-Stoff zugrunde zu legen. —

Prof. K. Heß, Berlin-Dahlem: „Kinematische Quellungsanalyse<sup>5)</sup>.“ —

### Schlesische Bezirksgruppe des Vereins der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure.

Vorsitzender: Dir. Greulich.

Sitzung vom 15. Februar 1933.

Dr.-Ing. Hasselbach, Breslau: „Ersparnmöglichkeiten durch richtige Beurteilung der Schmieröle.“

Es ist falsch, das Verhalten von Zylinderölen unter Druck nach dem jetzt noch handelsüblichen Flammepunkt im offenen Tiegel zu bewerten. Versuche in einer hierfür konstruierten Bombe ergaben bisher unbekannte Beziehungen der Flamm-, Brenn- und Zündpunkte untereinander. Bei Heißdampfzylinderölen fällt die unter höherem Druck allein noch auftretende und für die Vergasung charakteristische Zündpunktcurve stark ab, während es bei Sattdampfzylinderölen mit niedrigem Flammepunkt im offenen Tiegel vorkommt, daß die Zündpunktcurve ansteigt. Hieraus folgt, daß man selbst bei hoher Überhitzung billige Sattdampfzylinderöle, wenn auch die Krustenbildung unter Druck und die sonstigen Eigenschaften gut sind, ohne Nachteil verwenden kann. Neuerdings ist es sogar gelungen, Heißdampfinaschinen bis 350° Überhitzung mit sehr billigen Naßdampfzylinderölen ohne irgendwelche Nachteile zu betreiben. —

Sitzung vom 14. und 28. Oktober.

Dr. Klose: „Die Unfallversicherung.“ —

Obering. Kruse: „Aus der Praxis säurefester Steinauskleidungen unter Berücksichtigung von Säurebauten für die Zellstoffindustrie.“

Von der alten Bleiauskleidung hat sich heute in fast allen Fällen der Übergang zur keramischen Ausmauerung vollzogen. Die Vervollkommenung der säurefesten Kitte und Mörtel war ein wesentlicher Schritt auf diesem Wege. Vor allem die Erzeugnisse der I. G. Farbenindustrie, Säurekitt „Höchst“ und Asplit, sind besonders in der Celluloseindustrie zu erheblicher Bedeutung gelangt. Die Kittmassen einiger nordischer Firmen sind ebenfalls als gut anzusprechen, eine Bevorzugung von Auslandsmaterial ist jedoch weder geboten noch notwendig. Bei den speziellen Bedürfnissen der Celluloseindustrie steht der Zellstoffkocher im Mittelpunkt des Interesses. Die zweckmäßige Herstellung der Kochermäntel ist vor allen Dingen eine Frage der bestgeeigneten Nietverbindungen, die wohl nicht endgültig gelöst ist; die zweischnittige (Doppellaschenbettung) stellt zur Zeit wohl die sicherste Form der Nietverbindung dar. Die beste

<sup>4)</sup> Vgl. dazu Papierfabrikant 32, 80, 92 [1934].

<sup>5)</sup> Vgl. diese Ztschr. 46, 453 [1933]; 47, 51 [1934].