

Korngrößenbestimmung feinster organischer Pulver. (Auszug*)

Von Berg-Dipl.-Ing. ERICH KAUL, Windeberg.

(Eingeg. 6. Mai 1935.)

Mitteilung aus dem Aufbereitungslaboratorium der Technischen Hochschule Breslau (Direktor: Prof. Dr.-Ing. W. Groß).

Zahlreiche Versuche im hiesigen Laboratorium haben ergeben, daß das Pipetteverfahren nach *Andreasen*¹⁾ durch seine Billigkeit, bequeme Handhabung und Einfachheit sich am besten zur Korngrößenbestimmung von Stoffen eignet, die man üblicherweise als Staub bezeichnet.

Die Pipettemethode fußt auf dem *Stokesschen* Gesetz. Eine der schwierigsten Bedingungen für dessen Gültigkeit ist die verlangte Kugelgestalt der Einzelteilchen. Diese wird in den seltensten Fällen in der Praxis ideal erfüllbar sein. Man hilft sich dann mit der Einführung eines sogenannten „Äquivalentradius“, der dem Radius einer ideellen Kugel mit gleicher Fallgeschwindigkeit entspricht. Liegen aber ausgesprochen stäbchen-, tafel- oder diskusförmige Körper vor, so kann man die *Stokessche* Formel nur bei Einführung entsprechender Korrektionskonstanten anwenden, oder gibt nur die Sink- und Schwebegeschwindig-

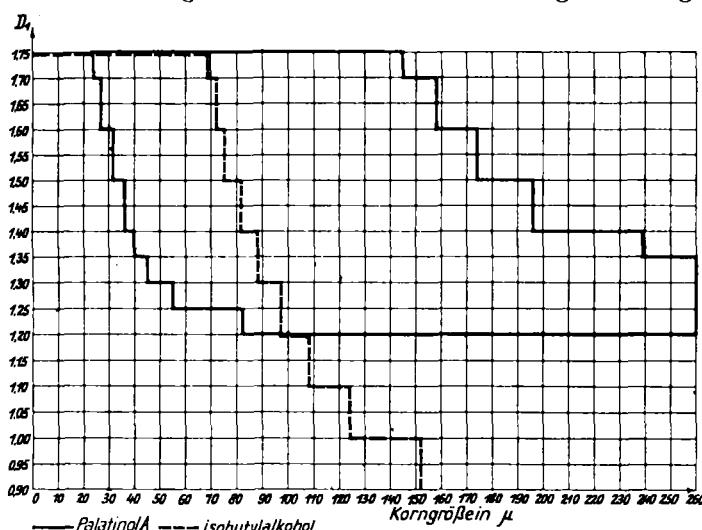


Abb. 1.

keit der betreffenden Stoffe in verschiedenen Medien zu ihrer Kennzeichnung an²⁾.

In keinem Falle darf das Medium mit dem dispergierten Stoff eine chemische Verbindung eingehen und somit eine Dichteänderung hervorrufen. Die Flockung (Koagulation) kann man durch Veränderung der Konzentration oder durch Zusatz geeigneter Peptisatoren zu verhindern suchen. Weiterhin darf die Meßflüssigkeit keine Schrumpfung oder Quellung der Einzelteilchen bewirken. Bei der Wahl der Meßflüssigkeit müssen außerdem Fallhöhe, Fallzeit und spezifisches Gewicht des zu untersuchenden Stoffes Berücksichtigung finden.

*) Die ausführliche Arbeit erscheint als „Beifeft“ zu den Zeitschriften des Vereins deutscher Chemiker Nr. 17 und ist zu beziehen vom Verlag Chemie, Berlin W 35, Corneliusstr. 3. Vorausbestellungen bis zum 31. Juli 1935 zum Sonderpreis von RM. 1,60 statt RM. 2,00. Bestellschein im Anzeigenteil.

¹⁾ Andreasen und Lundberg, Apparate zur betriebsmäßigen Feinheitsbestimmung der Mörtelstoffe, Zement 19, 698 [1930]; Andreasen und Berg, Beispiele der Verwendung der Pipettemethode bei der Feinheitsanalyse unter bes. Berücksichtigung der Feinheitsuntersuchungen von Mineralfarben, Beifeft zu den Zeitschriften des V. d. Ch. Nr. 14; auszugsweise veröffentlicht diese Ztschr. 48, 283 [1935].

²⁾ Groß und Gründer, Kornfeinheitsbestimmungen durch die Sedimentanalyse am Beispiel von Steinkohlenstaub, Glückauf 69, 485 [1933].

Nach Laboratoriumserfahrungen und eigenen Untersuchungen des Verfassers kommen für die Sedimentanalyse organischer Stoffe hauptsächlich zwei Flüssigkeiten in Frage, die allen vorgenannten Bedingungen entsprechen. Es sind dies „Palatinol A“ (Phthalsäurediäthylester) der I.-G. und Isobutylalkohol. Dieser eignet sich für feinere, jener für gröbere Kornbereiche (s. Abb. 1).

Zur Messung des mengenmäßigen Anteils der einzelnen Fraktionen bei dem Apparat von *Andreasen* saugt man mit einer Pipette von bestimmtem Volumen aus einer bestimmten Tiefe eine Probe des sedimentierenden Systems an und bestimmt die darin enthaltene Teilchenmenge in g durch Wägung. Die Trennung der fest-flüssigen Phase erfolgt entweder durch Abdampfen, wie z. B. bei Anwendung von Wasser oder Isobutylalkohol (Kp. 106°), oder durch Filtration in Glasfiltern mit geringer Porenöffnung, wie beim Palatinol (Kp. 280°). Die anhaftenden Reste von Palatinol werden mit Äther entfernt.

Temperaturschwankungen sind unter allen Umständen zu vermeiden. Will man ohne Thermostaten auskommen, so muß man einen Raum mit möglichst gleichmäßiger Temperatur wählen oder darf den Versuch nicht allzu lange ausdehnen. Sofort nach dem kräftigen Umschütteln zwecks Homogenisierung wird eine Probe, die sogenannte Nullprobe, gezogen, die das Maß der totalen Stoffkonzentration angeben soll. Sie ist auch rechnerisch aus dem Produkt von Einwaage und Pipettvolumen dividiert durch das Gesamtvolumen zu ermitteln. Stets liegt aber die durch den Versuch ermittelte Nullprobe beträchtlich unter der berechneten. Da man die die Herabsetzung des Gewichts der Nullprobe bewirkenden Faktoren nicht von vornherein bestimmen kann, wird vorgeschlagen, als Ausgangspunkt für die spätere Rechnung stets nur die theoretisch ermittelte Nullprobe einzusetzen.

Vor Beginn des Abpipettierens der ersten Probe ist es zweckmäßig, einige Minuten verstreichen zu lassen, um hierdurch den mitunter beim Schütteln entstandenen Gasblasen Zeit zum Entweichen zu geben.

Die Vorbereitung der Proben ist für das Gelingen der Analyse von ausschlaggebender Bedeutung. Durch Mischen und Heruntervierteln entnimmt man eine genaue Durchschnittsprobe des Materials. Hierauf folgen mikroskopische Untersuchungen, die einen Überblick über Kornform, größtes und kleinstes vorkommendes Korn und über die durchschnittliche Korngröße geben. Nach der Wahl des Dispersionsmittels folgt die Prüfung auf Flockungerscheinungen im Reagens- und Uhrglas. Als beste Konzentration hat sich bei den untersuchten organischen Substanzen eine solche von 2 Vol.-% fest in 100 Vol.-% flüssig erwiesen. Schließlich muß mit Hilfe der *Reynoldschen* Zahl geprüft werden, ob die erreichte Maximalgeschwindigkeit so gehalten ist, daß der Anwendung des *Stokesschen* Gesetzes nichts im Wege steht.

Jede Analyse wird doppelt ausgeführt. Die Ergebnisse werden am besten graphisch dargestellt. Man trägt in einem Koordinatensystem die gefundenen Prozente als Ordinate und die dazu gehörigen Korngrößen als Abszisse auf. Verbindet man nun die einzelnen Punkte, so bekommt man die Korncharakteristik des betreffenden Materials. Bei diesen Untersuchungen ist stets die Feinheitskennlinie vom Groben ins Feine dargestellt, da die Aufbereitungskunde, den Müllereibetrieb u. a. m. stets mehr der Rück-

stand interessiert, weil man aus ihm ermessen kann, ob das Gut genügend aufgeschlossen ist.

Die Untersuchungen erstreckten sich auf Braunkohle, Kakao, Sojamehl, Reismehl, Maisstärke, Reisstärke, Kartoffelstärke und Puderzucker, d. h. in der Hauptsache auf Nahrungsmittel, bei denen die Kenntnis der Korngröße für die wirtschaftliche Beurteilung von Wichtigkeit ist.

1. Braunkohle.

Die Sedimentanalyse sollte über den Weg der Korngrößenbestimmung Aufklärung über das Fließen oder Nichtfließen von zwei Staubproben verschaffen. Staub Nr. 1 zeigte in den Bunkern und Leitungen nicht die gewünschte Fließeigenschaft, während Staub Nr. 2 einwandfrei ausfloss. Der mikroskopische Befund ergab Einzelkörner von genähert kugeliger Gestalt. Als Dispersionsmittel wurde Palatinol A gewählt. Die außerdem ausgeführten Siebanalysen schließen sich einigermaßen den erhaltenen Werten an. Darnach ist Staub Nr. 1 bedeutend feiner; die errechnete mittlere Korngröße beträgt $70,4 \mu$; bei Staub Nr. 2 $59,1 \mu$.

Tatsächliche Versuche an Ort und Stelle zeigen, daß durch Vermehrung des größeren Anteils bei feinerem

zweier Proben „Edelsoja“ und „Edelsoja fein“ ergab kugelig geformte Einzelkörner verschiedener Größe. Als Dispersionsmittel wurde, um ein Lösen des Fettes zu vermeiden, Palatinol A gewählt. Die Kurven zeigen, daß das Gut mit dem weitaus größten Gewichtsanteil in einem engen Korngrößenbereich von allenfalls 25μ konzentriert ist; besonders bemerkenswert ist der geringe Anteil (10%) an größeren Kornklassen.

4. Reismehl.

Untersucht wurde ein handelsübliches Produkt der Firma Knorr. Der mikroskopische Befund zeigte Körner von würfeler bis schwach prismatischer Gestalt. Da die Stokesche Formel auch für würfelförmige Körper Gültigkeit hat, stand ihrer Anwendung nichts im Wege. Meßflüssigkeit: Palatinol A. Die Kurve zeigt das Vorliegen einer sehr verschiedenen Korngröße an.

5. Stärkemehle.

Die Stärkekörner verschiedener Pflanzen unterscheiden sich durch Form und Größe. Diese Verschiedenheit bewegt sich aber innerhalb gewisser, bestimmbarer Grenzen, so daß die Größe der Stärkekörner für die Beurteilung einer Stärkesorte oft einen wichtigen Anhaltspunkt bedeutet.

Die mikroskopische Voruntersuchung von Mondamin zeigte Einzelkörner von unregelmäßiger, aber stets abgerundet kugeliger Gestalt. Als Meßflüssigkeit wurde Isobutylalkohol gewählt. Die Ergebnisse stimmen mit den Literaturangaben vollkommen überein.

Die mikroskopische Untersuchung von Reisstärke zeigte neben wenigen größeren zusammengesetzten Körnern Einzelkörner von kantiger, selten rundlicher Gestalt. Als Meßflüssigkeit diente ebenfalls Isobutylalkohol. Die Feinheitskennlinie zeigt in ihrem Verlauf große Ähnlichkeit mit der des Maismehls. Nur liegt sie bedeutend feiner, da 80% des Gutes kleiner als 15μ sind. Die Sedimentanalyse bestätigt damit die Angaben von Samec (vgl. Abb. 2).

Trotzdem die Körner der Kartoffelstärke von der Kugel- oder Würfelform stark abweichen, steht der Anwendung der Stokeschen Formel nichts im Wege. Die erhaltene Kurve wird man ohne weiteres zu Vergleichszwecken heranziehen können. Die Versuche mit Palatinol

A und bei der Kontrolle mit Isobutylalkohol weisen sehr gute Übereinstimmung auf. Wie die Feinheitskennlinie zeigt, liegt hier ein weniger einheitliches Gut von viel größerer Korngröße vor.

6. Puderzucker.

Die Siebanalyse, die bisher zur Kornfeinheitsermittlung von Puderzucker allein zur Verfügung stand, versagt bei zunehmender Feinheit, da sich das Gut sehr stark zusammenballt. Untersucht wurden zwei Sorten handelsüblicher Puderzucker. Der mikroskopische Befund ergab würfelförmige Einzelteilchen. Während bei Probe 1 mit Palatinol A keine Schwierigkeiten auftraten, zeigten sich bei Probe 2 auch bei Konzentrationsänderung Flockungsscheinungen. Mit Isobutylalkohol traten diese nicht auf. Hier bestand aber zwischen dem spezifischen Gewicht des Zuckers und des Isobutylalkohols ein solches Mißverhältnis, daß experimentell brauchbare Fallzeiten nicht zu erhalten waren. Erst als man mit der Fallhöhe heraufging, nahmen die Versuche einen vollkommen einwandfreien Verlauf. Aus den beiden Feinheitskennlinien erkennt man, daß in beiden Fällen ein Gut von sehr verschiedenen Korngrößen vorliegt.

[A. 46.]

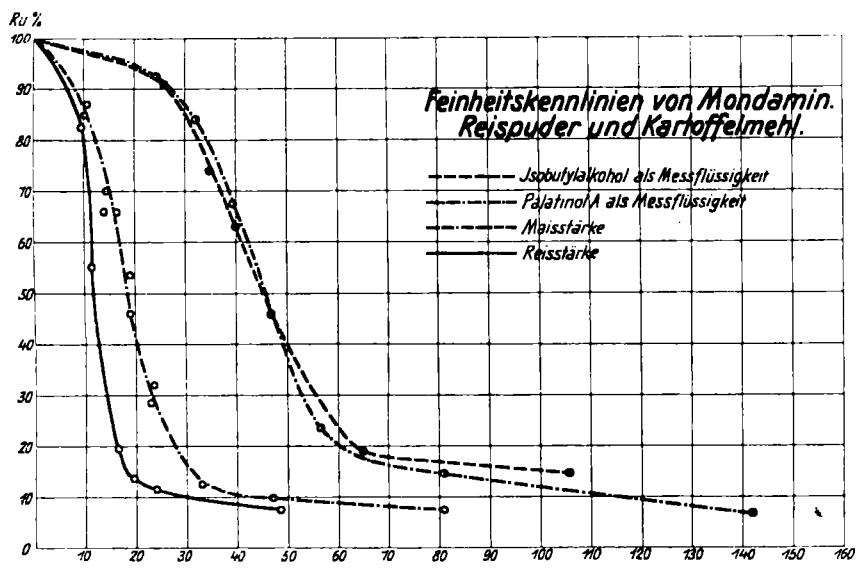


Abb. 2.

Staub die erwünschte Fließeigenschaft wieder hergestellt wird.

2. Kakaopulver.

Von den beiden vorliegenden Proben war Kakao Nr. 19 durch Beutelung, Kakao Nr. 2 durch Windsichtung hergestellt. Der mikroskopische Befund ergab Kornformen von rundlicher Gestalt, und die Probe zeigte eine homogene Zusammensetzung. Da Wasser als Meßflüssigkeit nicht in Frage kam, wurde Palatinol A gewählt. Nach dem Verlauf der Kurven liegt ein sehr gleichmäßig feines Gut vor. Die Hauptmenge liegt beim gebeutelten Kakao mit 70% zwischen den Korngrößen $55-75 \mu$, beim windgesichteten mit 57% zwischen den Korngrößen $50-60 \mu$. Der windgesichtete Kakao liefert also bedeutend feinere Korngrößen und ist somit höher zu bewerten, da nach Ansicht der Fachliteratur die Qualität des Kakaopulvers mit steigender Kornfeinheit wächst.

3. Sojamehl.

Über die Kornverteilung und Korngröße des Sojamehles war bisher nichts bekannt. Die Siebanalyse versagt in diesem Fall vollkommen, da das Gut eine starke Neigung zum Zusammenballen hat. Der mikroskopische Befund