

Linien  $\lambda$  Co 2714,55 und  $\lambda$  Fe 2739,60 nahezu intensitäts- gleich. (Co : Fe = 1:1,05.) Die Verhältnisse der Galvano- meterausschläge des gleichen Linienpaares bei Konzen- trationen von 0,25 und 1,0  $\gamma$  Fe in je 0,02 cm<sup>3</sup> entfernten sich nicht weit von der Schwärzungsgleichheit (1:0,86 und 1:1,39). Dieser Intensitätsbereich entspricht einem em- pirisch gefundenen Konzentrationsintervall, innerhalb dessen man mit einer für die Zwecke der Untersuchung tragbaren Fehlergröße auch alle Zwischenwerte bestimmen kann.

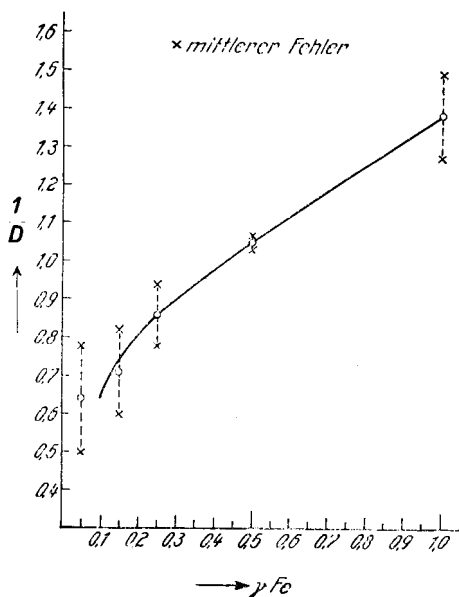


Abb. 1. Eichkurve mit UV-Bestrahlung.

Trägt man die rezi- proken Werte des Ver- hältnisses der Galvano- meterausschläge gegen die Konzentrationen von 0,25  $\gamma$  bis 1,0  $\gamma$  Fe in ein Koordinatensystem ein, so erhält man eine fast gerade, nur ganz schwach gekrümmte Kurve, die man zur Auswertung der Analysen benutzen kann (siehe Abb. 1).

Man wählt nun die Einwaage des auf Eisen zu prüfenden Stoffes so, daß der Eisengehalt der fertigen Analysenlösung (0,4 cm<sup>3</sup> Gesamtfli- ssigkeitsvolumen) in 0,02 cm<sup>3</sup> möglichst 0,5  $\gamma$  Fe beträgt, zumindest sich aber in dem Konzentrationsbereich von 0,25  $\gamma$  bis 1,0  $\gamma$  Fe bewegt. Hierzu kann eine Voranalyse notwendig sein, von der man zur Erhöhung der Meßgenauigkeit mehrere Aufnahmen macht. Die Einwaagen der im Verlauf der vorliegenden Arbeit untersuchten Kieselsäuren lagen zwischen 1 und 5 g.

### Die Durchführung der Analyse.

Der nach Vertreiben der Schwefelsäure in den Platin- schalen verbleibende Rückstand wurde mit 0,2 cm<sup>3</sup> HCl „z. A.“, deren geringfügiger Eisengehalt in den Blindwert mit einbezogen war, und mit 0,2 cm<sup>3</sup> der als Grundsubstanz dienenden Kobalt-Nickelsulfat-Lösung versetzt. Hiervon wurden für jede Aufnahme 0,02 cm<sup>3</sup> mit Hilfe einer ge- eichten Capillare auf die durch Abfunken erhitzten Kohlen gebracht. Durch die schnelle Verdampfung war eine frak- tionierte Kristallisation der Lösung auf der Kohle unmög- lich. Je 3 Eichaufnahmen am Anfang und am Schluß der Platte mit 0,25, 0,5 und 1,0  $\gamma$  Fe dienten zur Kontrolle der Leuchtbedingungen. Damit entfiel deren gesonderte Überwachung durch ein Fixierungspaar. Durch Bestrahlen der Funkenstrecke mit einer stark UV strahlenden Queck-

silberhochdruckleuchte konnte für die Konzentrationen 0,25 und 0,5  $\gamma$  Fe eine größere Gleichmäßigkeit erzielt werden.

Die colorimetrische Bestimmung des Eisens<sup>6)</sup> er- folgte im wesentlichen nach der Methode von Feigl<sup>7)</sup> mit  $\alpha, \alpha'$ -Dipyridyl in einem Colorimeter nach Duboscq. Der Eisengehalt einiger Kieselsäuren war bereits im Osram- Werk A, im Laboratorium von Dr. Düsing, mit Rhodankali bestimmt. Die lebenswürdigerweise zur Verfügung ge- stellten Ergebnisse boten eine weitere Stütze für die Richtig- keit der spektralanalytischen Bestimmung.

Im folgenden seien die Ergebnisse einiger Analysen mitgeteilt:

	Spektralanalyse	$\alpha, \alpha'$ -Dipyridyl	KSCN
SiO <sub>2</sub> II:	0,0005 % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0005 % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0006 % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Mittel aus:	2	4	5 Aufschlüssen
SiO <sub>2</sub> III:	0,0009 % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0015 % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0009 % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Mittel aus:	4	4	4 Aufschlüssen
SiO <sub>2</sub> IV:	0,0005 % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0007 % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0005 % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Mittel aus:	3	4	2 Aufschlüssen

Der mittlere Fehler der Einzelbestimmungen bewegt sich zwischen 2 und 8 %. Eine ausführliche Fehlerdiskussion ist in der Originalarbeit nachzulesen.

Der spektralanalytischen und der colorimetrischen Methode ist der Nachteil gemeinsam, daß zur Vorbereitung der Analyse eisenhaltige Reagenzien benutzt werden müssen, deren Eisengehalte bis zu 50 % der Gesamteisenkonzen- tration ausmachen. Trotzdem erwiesen sich beide Verfahren als brauchbar.

Gegenüber dem bekannten spektralanalytischen Ver- fahren hat die hier entwickelte Methode folgende Vorteile:

Es braucht nur ein einziges homologes Paar gemessen zu werden, das in drei verschiedenen Konzentrationen von Eisen die Schwärzungsmarken liefert. Gleichzeitig dient es zur Kontrolle der Leuchtbedingungen. Die gesonderte Überwachung durch ein Fixierungspaar ist nicht nötig.

Die oben beschriebene Methode hat folgende Nachteile:

Da die Meßgenauigkeit mit der Entfernung von der Schwärzungsgleichheit abnimmt, empfiehlt es sich, nur in einem Konzentrationsintervall von 1:4 zu arbeiten (0,25  $\gamma$  bis 1,0  $\gamma$  Fe). Hierzu ist eine Voranalyse zur Ein- stellung der Einwaage, bei technischen Serienanalysen aller- dings nur einmal, erforderlich.

Die Arbeit wurde in den Jahren 1933—1935 auf An- regung der Herren Prof. Pirani und Dr. Heyne in der Studien- gesellschaft für elektrische Beleuchtung angefertigt. Den Herren Prof. Pirani, Dr. Heyne und Dr. Rompe möchte ich auch an dieser Stelle für die stete Förderung und das rege Interesse an dem Fortschritt der Untersuchungen meinen herzlichsten Dank aussprechen. [A. 62.]

<sup>6)</sup> Ausführliche Tabellen der wichtigsten Mikroreaktionen auf Fe mit Empfindlichkeitsangaben in der Originalarbeit.

<sup>7)</sup> Z. analyt. Chem. **90**, 199 [1932]; Chem. Ztrbl. **1933**, I, 819.

## Ein refraktometrisches Schnellverfahren zur Fettsäurenbestimmung in Seifen und Waschpulvern.

Von Priv.-Doz. Dr. WOLFGANG LEITHE und HANS JOACHIM HEINZ.

(Eingeg. 5. Juni 1936.)

Mitteilung aus dem II. Chemischen Laboratorium der Universität in Wien.

Kürzlich wurden refraktometrische Schnell-Fettbestim- mungen in verschiedenen Stoffen (Käse, Ölsaaten, Milch- dauerwaren)<sup>1)</sup> beschrieben, bei denen das auf geeignete Weise in Freiheit gesetzte Fett in Bromnaphthalin gelöst und auf Grund der hierbei beobachteten Abnahme des Lichtbrechungsvermögens der Fettgehalt rasch und genau festgestellt wird. Bromnaphthalin erleidet infolge

<sup>1)</sup> W. Leithe, Z. Unters. Lebensmittel **70**, 91 [1935], **71**, 33, 245 [1936]; vgl. a. diese Ztschr. **47**, 734 [1934], **48**, 414 [1935].

seiner hohen Refraktion schon bei kleinen Fettmengen eine so starke Abnahme seiner Lichtbrechung, daß zur Messung die Genauigkeit des handlichen Abbe-Refrakto- meters ausreichend ist.

Im vorliegenden beschreiben wir Versuche, diese Er- fahrungen auf die mengenmäßige Bestimmung der Fett- säuren in Seifen und Waschmitteln, einer wichtigen Bewertungsgrundlage dieser Stoffe, zu übertragen. Es ließ sich ein Verfahren ausarbeiten, das auf höchst einfache

Weise in wenigen Minuten gut übereinstimmende Ergebnisse liefert und daher vor allem zur Betriebskontrolle empfohlen werden kann.

Hierbei hat sich folgender Arbeitsgang bewährt: 2 g Waschpulver oder fein zerkleinerte Seife werden in einem mit Glasstopfen verschließbaren Jenaer Glasrohr von etwa 30—50 cm<sup>3</sup> Inhalt mit 10 cm<sup>3</sup> 10%iger Schwefelsäure übergossen, zum Sieden erhitzt, 3 cm<sup>3</sup>  $\alpha$ -Brom-naphthalin<sup>2)</sup> hinzupipettiert und 1 min warm geschüttelt; von der sich rasch absetzenden Fettsäurelösung wird mit dem „Scheiderröhrchen“<sup>3)</sup> ein Tropfen klar auf das Prisma des Abbe-Refraktometers gebracht und bei 40° gemessen.

Die Meßtemperatur von 40° wurde gewählt, um in allen Fällen die Fettsäuren in Lösung zu halten und eine gleichzeitige Messung der Refraktion der Fettsäuren zu ermöglichen. In einigen Fällen, z. B. bei Waschpulvern mit tiefschmelzenden Fettsäuren, könnte die Messung auch bei Zimmertemperatur erfolgen. Naturgemäß muß dann bei der Berechnung des Fettsäuregehaltes diesem Umstand Rechnung getragen werden.

Wasserglas oder Kaolin bewirken keine Störung; in letzterem Falle werden die Phasen durch Zentrifugieren getrennt.

Zur Umwertung der gemessenen Brechungswerte in den Fettsäuregehalt ist die Kenntnis des Brechungsindex der Fettsäuren nötig, welcher je nach dem verarbeiteten Fettansatz verschieden sein wird. Bleibt dieser im Betrieb gleich, so kann diese Größe ein für allemal bestimmt werden; andernfalls ist diese Bestimmung jeweils neu durchzuführen.

Hierzu werden etwa 3 g Seife oder 5 g Waschpulver in einem kochbeständigen Zentrifugenglas mit etwa 10 cm<sup>3</sup> 20%iger Schwefelsäure übergossen, zum Sieden erhitzt, geschüttelt, bis die anfangs meist ziemlich feste Emulsion ölig geworden ist, und scharf zentrifugiert. Von den zuoberst klar abgeschiedenen Fettsäuren wird mit einem Glasstab ein Tropfen aufs Refraktometer gebracht und bei 40° gemessen.  $n_D(40^\circ)$ .

Die Berechnung des Fettsäuregehaltes kann auf Grund der Formel I erfolgen:

$$\% \text{ Fetts.} = \frac{v_{\text{Bromn.}}^{40} \cdot d_{\text{Fetts.}}^{40}}{g \text{ Einwaage}} \cdot \frac{n_{\text{Bromn.}}^{40} - n_{\text{Lsg.}}^{40}}{n_{\text{Lsg.}}^{40} - n_{\text{Fetts.}}^{40}} \cdot 100 \quad (1)$$

Sie ergibt sich aus der Volumen-Mischungsregel

$$n_{1+2} (v_1 + v_2) = n_1 v_1 + n_2 v_2 \quad (2)$$

Bezüglich der in Formel 1 einzusetzenden Werte ist folgendes zu beachten:

$v_{\text{Bromn.}}^{40}$  (Volumen des zugesetzten Bromnaphthalins): Aus einer 3-cm<sup>3</sup>-Pipette fließt bei Zimmertemperatur nach etwa 25 sec langem Anlegen der Spitze an die Glaswand eine Menge aus, die hinreichend genau 3 cm<sup>3</sup> bei 40° entspricht.

$d_{\text{Fetts.}}^{40}$ : Die Dichte des Fettsäuregemisches ist in der Regel eine ziemlich gleichmäßige Größe; wir fanden bei 5 Marken-Waschpulvern im Mittel  $0,885 \pm 0,002$ , bei Kern- und Schmierseifen etwa 0,890. Wo ein ungewöhnliches Fettsäuregemisch größere Abweichungen als  $\pm 0,005$  erwarten läßt, kann diese Größe im 5-cm<sup>3</sup>-Pyknometer bei 40° bestimmt werden.

$n_{\text{Fetts.}}^{40}$ : Dieser Wert wäre nur dann gleich dem bei 40° gemessenen Brechungsindex der Fettsäuren in Substanz,  $n_D(40^\circ)$ , wenn Dichten und Brechungsindices von Fettsäuren und Bromnaphthalin entsprechend der Gleichung 2 genau additiv wären. Wir haben auf Grund gesonderter Meßreihen festgestellt, daß dies nicht ganz streng der Fall ist. Vielmehr

<sup>2)</sup> Es können auch billige technische Sorten verwendet werden, wofern eine Probe beim Schütteln mit warmer verd. Schwefelsäure keine merkliche Veränderung im Lichtbrechungsvermögen erleidet.

<sup>3)</sup> Ein einseitig zur Spitze ausgezogenes Glasröhrchen, in dessen oberes Ende ein Wattebausch eingepreßt wird. Man saugt etwa 1 cm<sup>3</sup> der Fettsäurelösung auf, dreht das Röhrchen um und läßt die Lösung durch den Wattebausch klar abrinnen.

müssen bei Seifen von etwa 70% Fettsäuregehalt der um 10 Einheiten der 4. Dezimale verkleinerte Wert von  $n_D(40^\circ)$ , bei Waschpulvern von etwa 40% der um 20 Einheiten der 4. Dezimale verkleinerte Wert von  $n_D(40^\circ)$  des Fettsäuregemisches eingesetzt werden.

Zur bequemen Umwertung der gemessenen Brechungsindices in den Fettsäuregehalt kann Tabelle 1 dienen; man entnimmt ihr unmittelbar den Fettsäuregehalt, der der bei 40° gemessenen Brechungsdifferenz  $\Delta n = (n_{\text{Bromn.}} - n_{\text{Lsg.}}) \cdot 10^4$  entspricht. Folgende Voraussetzungen müssen hierzu erfüllt sein: 2 g Einwaage, 3 cm<sup>3</sup> Bromnaphthalin von  $n_D(20^\circ) = 1,6575 \pm 0,0005$ , d. i. 1,6485 bei 40°. Hat das zu verwendende Bromnaphthalin einen stärker abweichenden Brechungsindex, so ist es nochmals zu destillieren und bei zu niederem  $n$  die entsprechende Menge Vorlauf, bei zu hohem  $n$  der Nachlauf zu entfernen.

Tabelle 1.

$\Delta n$	% Fetts.	$\Delta n$	% Fetts.	$\Delta n$	% Fetts.	$\Delta n$	% Fetts.
200	14,5	350	27,6 <sup>9</sup>	500	43,5 <sup>11</sup>	650	63,1 <sup>15</sup>
210	15,3 <sup>8</sup>	360	28,6 <sup>10</sup>	510	44,7 <sup>12</sup>	660	64,5 <sup>14</sup>
220	16,1 <sup>8</sup>	370	29,6 <sup>10</sup>	520	45,9 <sup>12</sup>	670	66,0 <sup>15</sup>
230	16,9 <sup>8</sup>	380	30,6 <sup>10</sup>	530	47,1 <sup>12</sup>	680	67,5 <sup>15</sup>
240	17,7 <sup>8</sup>	390	31,6 <sup>10</sup>	540	48,3 <sup>12</sup>	690	69,0 <sup>16</sup>
250	18,6 <sup>8</sup>	400	32,6 <sup>10</sup>	550	49,6 <sup>12</sup>	700	70,6 <sup>16</sup>
260	19,4 <sup>8</sup>	410	33,6 <sup>10</sup>	560	50,9 <sup>12</sup>	710	72,2 <sup>16</sup>
270	20,3 <sup>8</sup>	420	34,7 <sup>11</sup>	570	52,2 <sup>12</sup>	720	73,8 <sup>16</sup>
280	21,2 <sup>8</sup>	430	35,7 <sup>11</sup>	580	53,5 <sup>12</sup>	730	75,4 <sup>16</sup>
290	22,1 <sup>8</sup>	440	36,8 <sup>11</sup>	590	54,8 <sup>12</sup>	740	77,1 <sup>17</sup>
300	23,0 <sup>8</sup>	450	37,9 <sup>11</sup>	600	56,1 <sup>12</sup>	750	78,8 <sup>17</sup>
310	23,9 <sup>8</sup>	460	39,0 <sup>11</sup>	610	57,4 <sup>12</sup>	760	80,5 <sup>17</sup>
320	24,8 <sup>8</sup>	470	40,1 <sup>11</sup>	620	58,8 <sup>12</sup>	770	82,2 <sup>17</sup>
330	25,7 <sup>8</sup>	480	41,2 <sup>11</sup>	630	60,2 <sup>12</sup>	780	84,0 <sup>18</sup>
340	26,7 <sup>9</sup>	490	42,4 <sup>11</sup>	640	61,6 <sup>12</sup>	790	85,8 <sup>18</sup>
						800	87,6 <sup>18</sup>

Tabelle 1 wurde auf Grund von Meßreihen mit Fettsäuren aus „Persil“ nach Formel 1 aufgestellt, dient also unmittelbar nur für Fettsäuren mit  $n_D(40^\circ) = 1,4478$  und  $d_{40} = 0,886$ . Sie kann aber auch für andere Waschpulver und Seifen verwendet werden, wenn man die Abweichungen von  $n$  und  $d$  folgendermaßen berücksichtigt:

$$\left. \begin{array}{l} \text{Bei } \Delta n = 300 \\ \text{Bei } \Delta n = 400 \\ \text{Bei } \Delta n = 500 \\ \text{Bei } \Delta n = 600 \\ \text{Bei } \Delta n = 700 \\ \text{Bei } \Delta n = 800 \end{array} \right\} \text{für je 0,0010 Mehrwert über 1,4478:} \left\{ \begin{array}{l} + 0,14 \\ + 0,20 \\ + 0,30 \\ + 0,40 \\ + 0,54 \\ + 0,73 \end{array} \right\} \text{Zuschlag zum Tabellenwert der Fetts.-\%}$$

Bei Minuswerten wird die entsprechende Größe in Abzug gebracht.

Größere Abweichungen von  $d$  werden am besten so berücksichtigt, daß man die auf Grund von Tab. 1 erhaltenen Fettsäureprocente mit der bei 40° gemessenen Dichte multipliziert und durch 0,886 dividiert.

Im übrigen können für bestimmte, ständig zu überprüfende Waren gesonderte Tafeln nach Formel 1 entsprechend Tafel 1 aufgestellt werden, wobei die oben erwähnte Konzentrationsabhängigkeit von  $n_{\text{Fetts.}}$  zu berücksichtigen ist.

Ferner können leicht empirische Meßkurven angefertigt werden, indem man von dem rein dargestellten Fettsäuregemisch verschieden konzentrierte Lösungen in 3 cm<sup>3</sup> Bromnaphthalin herstellt, die Brechungsdifferenzen mißt und auf Millimeterpapier als Funktion der eingewogenen Fettsäuremenge aufträgt. Die verbindende Kurve dient dann bei der Analyse unmittelbar zur Ermittlung der vorhandenen Menge Fettsäuren.

#### Vergleichsbestimmungen.

Innerhalb refraktometrischer Parallelbestimmungen rühren die Abweichungen vorwiegend von den Ablesungen am Refraktometer her, so daß keine größeren Schwankungen als etwa  $\pm 0,1$ — $0,3\%$  Fettsäure zu beobachten sind. Die Geringfügigkeit der Fehlerstreuung dürfte bei der Betriebskontrolle besonders wertvoll sein.

Beim Vergleich mit den gewichtsanalytischen Verfahren stellten sich etwas größere Abweichungen heraus; zur Anwendung kam das Ätherverfahren unter Verarbeitung

der gesamten Ätherlösung. Getrocknet wurde 1 h bei 50—55°. Bei vergleichenden Bestimmungen mit eingewogenen und dann verseiften Mengen reiner Ölsäure und Ölsäure-Palmitinsäure-Gemisch zeigte sich völlige Übereinstimmung der refraktometrischen und gewichtsanalytischen Ergebnisse. Dagegen ergaben sich bei den üblichen Seifen und Waschpulvern, die auch flüchtige Fettsäuren enthalten, bei etwa 20 Bestimmungen durchweg merklich höhere refraktometrische Zahlen (bei Waschpulvern etwa + 0,5—0,7%, bei Seifen, je nach Fettsäuregehalt, etwa + 1,0—1,5%). Diese refraktometrischen Mehrwerte werden verständlich, wenn man bedenkt, daß beim refraktometrischen Verfahren auch die flüchtigen Fettsäuren im Bromnaphthalin gelöst und mitbestimmt werden, während beim gewichtsanalytischen Verfahren beim Abdampfen des

Äthers und Trocknen auch bei niedriger Temperatur immer Verluste an flüchtigen Säuren eintreten, die schon am Geruch kenntlich sind. Diese Mehrwerte sind beim Vergleich mit gewichtsanalytischen Ergebnissen zu berücksichtigen, ihr Auftreten ist aber keinesfalls als Nachteil des refraktometrischen Verfahrens anzusehen.

Nochmals sei auf die höchst rasche und einfache Durchführbarkeit des beschriebenen Verfahrens insbesondere zur ständigen Überprüfung bestimmter Waren hingewiesen, worin es zweifellos allen bisher bekannten Verfahren (Wachskuchen-, Volumeter-, gewichts- und maßanalytische Verfahren) weit überlegen ist.

Der Firma Carl Zeiss, Jena, danken wir wieder für die Überlassung von Meßgeräten. [A. 60.]

## VERSAMMLUNGSBERICHTE

### Arbeitstagung des Kaiser Wilhelm-Instituts für Metallforschung.

Die Wirtschaftsgruppe Nichteisenmetall-Industrie und das Kaiser Wilhelm-Institut für Metallforschung veranstalteten gemeinsam am 19. Mai 1936 in Stuttgart eine Arbeitstagung des Kaiser Wilhelm Instituts für Metallforschung, auf der Bericht von den Arbeiten des Institutes seit seiner Wiedereröffnung vor einem Jahre abgelegt werden sollte. Über die Einweihung des Kaiser Wilhelm-Institutes für Metallforschung und die damit verbundene Hauptversammlung der Deutschen Gesellschaft für Metallkunde berichteten wir ausführlich<sup>1)</sup>. Es ist ein erfreuliches Zeichen für die Tätigkeit des Institutes, daß bereits nach einjährigem Bestehen ein umfassender Bericht über neue Arbeiten gegeben werden konnte. Das bekundete auch das lebhafteste Interesse der zahlreich erschienenen Vertreter der Technik und Wissenschaft, die zur Teilnahme an den Vorträgen nach Stuttgart gekommen waren.

Der Leiter der Wirtschaftsgruppe Nichteisenmetall-Industrie, Bergassessor a. D. O. Pfitzner, hieß die Teilnehmer der Tagung, insbesondere die als Gäste anwesenden Vertreter des Reichserziehungsministeriums, des Reichskriegsministeriums, des Reichsluftfahrtministeriums, der württembergischen Ministerien, der Reichsbahndirektion, der Stadt Stuttgart und der Technischen Hochschule Stuttgart, willkommen. Er betonte die Notwendigkeit der Forschung in Verbindung mit dem Streben nach Fortschritt und schilderte die Arbeit des Kaiser Wilhelm-Instituts für Metallforschung als Bindeglied zwischen der zweckbegrenzten Forschung industrieller Laboratorien und der rein wissenschaftlichen Forschung an den Hochschulen. Prof. Dr. W. Köster gab dann einen zusammenfassenden Überblick über die Arbeiten des Kaiser Wilhelm-Instituts für Metallforschung im ersten Jahre seines Bestehens. In 33 Arbeiten wurden die verschiedensten Gebiete der reinen und angewandten Metallkunde experimentell und theoretisch bearbeitet, viele der neu entwickelten Untersuchungsverfahren (vgl. den vorjährigen Bericht) konnten ausgearbeitet und in ihren Anwendungen gesichert werden. Einen lebendigen Eindruck von der Vielseitigkeit der Institutsarbeiten vermittelten die Vorträge, die sich zunächst mit „physikalischen Messungen der elastischen Eigenschaften von Metallen“ beschäftigten.

Dr. F. Förster: „Ein neues Gerät zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls und der Dämpfung.“

Vortr. führte in einer Reihe von Versuchen ein neues Gerät zur mechanisch-technologischen Untersuchung metallischer Werkstücke vor. Die Messungen erfolgen akustisch, aus der Frequenz läßt sich der Elastizitätsmodul und aus der Breite der Resonanzkurve die Dämpfung berechnen. An der Untersuchung eines Aluminiumstabes wurde gezeigt, daß die Dämpfung außerordentlich strukturempfindlich ist; sie ist außerdem von der kristallographischen Orientierung abhängig, wie die Messung eines Zinn-Einkristalls in verschiedenen Rich-

tungen darlegte. Ein großer Vorteil des Verfahrens ist, daß es ohne Zerstörung des Werkstückes arbeitet und von dessen Abmessungen unabhängig ist; es läßt sich auch für Untersuchungen der Konstitution von Legierungen ausgestalten.

Prof. Dr. W. Köster: „Ergebnisse und Möglichkeiten bei der Anwendung des Meßgerätes in der Metallkunde.“

Die Anwendungsmöglichkeiten des vorstehend geschilderten Gerätes sind sehr mannigfaltig, um so mehr, als es auch bei höheren Temperaturen verwendet werden kann. Vortr. führt die Martensitumwandlung, die Hanemann kürzlich kinematographisch verfolgte, und einige andere Umwandlungen (Ni magnetisch → unmagnetisch und AuCu ungeordnet → geordnet) akustisch vor. Auch das Vorhandensein innerer Spannungen, von Fehlstellen in Werkstücken und von interkristalliner Korrosion prägt sich in charakteristischer Weise in den Dämpfungskurven aus, wie am Beispiel des Hydronaliums und anderer Legierungen gezeigt wird.

Prof. Dr. R. Glocker: „Röntgenographische Bestimmung des Spannungszustandes von Werkstoffen.“

Bereits im vorigen Jahre konnte Vortr. über ein Verfahren berichten, das im Gegensatz zu früheren Arbeiten gestattet, außer der Summe der Spannungen eines Werkstückes auch die Einzelspannungen zu bestimmen (vgl. den vorjährigen Bericht). Dazu waren außer der üblichen Rückstrahlaufnahme mit senkrecht zur Werkstoffoberfläche erfolgender Einstrahlung zwei weitere Einstrahlungen, senkrecht zueinander und um 45° gegen das Lot geneigt, erforderlich. Das Verfahren konnte inzwischen vervollkommen werden, es hat sich bereits auch an anderen Forschungsstellen eingebürgert.

Eine weitere Gruppe von Vorträgen befaßte sich mit Fragen der „Aufbauforschung“.

Prof. Dr. G. Grube: „Neue Wege und Ergebnisse der Aufbauforschung.“

Frühere Arbeiten über Zweistofflegierungen beschränkten sich im wesentlichen auf solche Proben, die durch Einschmelzen der beiden Komponenten gewonnen wurden. Dabei mußten notwendigerweise solche Reihen außer Betracht gelassen werden, deren eine Komponente verdampft, bevor die andere schmilzt. Neuerdings ist man der Schwierigkeiten bei der Herstellung solcher Legierungen Herr geworden und die sogenannten Sinterlegierungen spielen in Technik und Wissenschaft eine bedeutende Rolle. — Auch die Untersuchungsverfahren zur Ermittlung der Konstitution von Legierungen konnten vervollkommen werden, zu der thermischen Analyse, der Leitfähigkeitsmessung und der dilatometrischen Prüfung und der Röntgenanalyse kommen heute als willkommene Ergänzungen Dämpfungsmessungen und magnetische Verfahren (vgl. den vorjährigen Bericht). Das System Palladium-Mangan wurde kürzlich vom Vortr. nach thermischen und magnetischen Daten zusammengestellt. Vakuumdestilliertes Mangan besonders hoher Reinheit weist drei Umwandlungspunkte auf. In Legierungen mit Palladium treten zwei Mischkristallreihen auf, von denen diejenige mit 40% Mn bei 1160° vom kubisch flächenzentrierten in ein tetragonales Gitter übergehen, das unterhalb 530° eine geordnete Verteilung der Atome besitzt.

<sup>1)</sup> Diese Ztschr. 48, 552 [1935]; Dtsch. Chemiker 2, 34 [1936], Beilage zu dieser Zeitschrift 49, Heft 23 [1936].