

Durchföhrung der Analyse notwendigen Vorschriften über die Wahl der Abfunkdauer und der Elektrodenform ein. Er betonte weiterhin die Notwendigkeit einer einheitlichen Wiedergabe der Meßergebnisse durch die Schwärzungsdifferenz und den Logarithmus der Konzentration. Interessant war noch die Mitteilung, daß auch die spektralanalytische Bestimmung von Niob und Tantal möglich sei, ohne daß die chemische Bindung dieser Elemente an den Kohlenstoff eine Beeinflussung der Analyse mit sich bringe.

Prof. Lundegårdh, Uppsala: „Die quantitative Spektralanalyse von Metallen mittels der Flamme und des Flammenfunken.“

Die Vorzüge der Anregung in der Flamme sind darin zu sehen, daß durch das Zerstäuben der Lösung, in der das zu bestimmende Element enthalten ist, die Flamme in der Zeiteinheit eine immer gleich große Menge des Elements anregt. Aus diesem Grunde ist bei Verwendung der Flamme für die Spektralanalyse wohl die größte Genauigkeit zu erreichen. Wichtig ist, daß die schwer anregbaren Elemente im blauen Kegel der Flamme bedeutend stärker auftreten.

Vortr. ging dann auf den von ihm entwickelten Flammenfunken über. Durch die in der üblichen Weise mit der zerstäubten Lösung beschickte Flamme geht senkrecht zu ihrer Strömungsrichtung ein Funke hindurch. Zur Erzielung einer guten Genauigkeit muß man den zu untersuchenden Lösungen eine bestimmte Alkalimenge zusetzen. Der kontinuierliche Hintergrund wird sowohl bei der Bestimmung der Elemente in der Flamme als auch im Flammenfunken zur Vornahme von Korrekturen benutzt. Die beste Anregung im Flammenfunken erhält man bei Verwendung hoher Kapazität und Selbstinduktion im Entladungskreis. Vortr. zeigte eine Reihe von Aufnahmen sowohl des Flammen- als auch des Flammenfunkenpektrums der verschiedenen Elemente.

Dr. Balz, Stuttgart: *Praktische Emissions-Spektralanalyse in Industrielaboratorien.*

Der Vortrag brachte eine Reihe von Beispielen für die Anwendung der Spektralanalyse im Betriebe. So konnte in einem Falle das Vorhandensein von kleinen Mengen Quecksilber in Messing als Bruchursache nachgewiesen und in einem anderen Falle aus dem Auftreten der Aluminium- und Siliciumlinien im Spektrum eines angeblich reinen Diamantpulvers auf eine Fälschung geschlossen werden. Zum Nachweis des schwer anregbaren Fluors dienen die Calciumfluoridbanden. Für quantitative Untersuchungen ist wichtig, daß durch Kupfer und Zink die Magnesiumbestimmung in Aluminium beeinflusst wird.

Colloquium.

Hansen, Jena: Nach einleitenden Betrachtungen über die bisher üblichen Photometer wurde über eine neue von der Firma Carl Zeiss, Jena, entwickelte Anordnung berichtet, deren Vorzug in dem Zusammenbau des Galvanometers mit dem optischen Teil der Apparatur zu sehen ist.

Goubeau, Göttingen, sprach über die Anwendung des Raman-Effekts für die qualitative und quantitative Spektralanalyse von Molekülen. Die verschiedenen Raman-Spektren der Isomeren, für die er eine Reihe von sehr schönen Aufnahmen zeigte, ermöglichen leicht eine Reinheitsprüfung der zu untersuchenden Substanzen. Insbes. bei der heute so wichtigen Analyse von Kohlenwasserstoffen kann die Anwendung der Raman-Spektren für quantitative Untersuchungen neue Wege eröffnen.

Mannkopff, Göttingen, sprach über die im Bogen und Funken auftretenden Temperaturen und berichtete über Messungen der Bogentemperatur nach der Umkehrmethode.

Aus Untersuchungen der Entladungen eines Feußnerschen Funkenerzeugers schließt Kaiser, Jena, daß der Funke sich aus einer Reihe von schnell aufeinanderfolgenden Bogenentladungen zusammensetzt. Die Spannung an den Elektroden beträgt nach dem ersten Durchschlag nur ungefähr 50 V. Die Unterschiede zwischen den sog. Funken- und Bogenspektren werden auf die verschiedene Größe der Stromstärke in den einzelnen Teilentladungen zurückgeführt.

Heyes, Düsseldorf, berichtete über Untersuchungen im K. W.-I. für Eisenforschung über die Wahl der günstigsten Elektrodengrößen und der am besten geeigneten Linienpaare für die Analyse von Chrom-Nickel-Stahl. Zu kleine Elektroden, Beeinflussung der Linienpaare durch Änderungen der Anregungsbedingungen sowie zu dichter Untergrund föhren zu einer Vergrößerung des mittleren Fehlers.

Schleicher, Aachen, wies auf den Einfluß des in der Probe enthaltenen Sauerstoffs auf die Linienintensität bei der Verwendung von Kupferelektroden hin. Bei Polarisierung mit Wasserstoff tritt der Einfluß des Sauerstoffgehaltes der Proben zurück.

Pfeilsticker, Stuttgart, gelang es, durch Anwendung höherer Stromstärken und Verminderung des Drucks die Spektren der Metalloide Schwefel, Jod, Brom, Fluor und Chlor anzuregen. Die zu den Versuchen benutzte Anordnung wird von ihm beschrieben.

Zum Schluß sprach Seith, Münster, über die Verwendung des Abreißbogens für die quantitative Analyse. Auch hier müssen Abfunkeffekte und der Einfluß der Gegenelektrode beachtet werden. Von Interesse ist der Vorschlag, die Probe unter Verwendung einer Schraube von der Seite her mit gleichmäßiger Geschwindigkeit in die Entladung einzuföhren, um so unter Verzicht auf das Abfunken immer neue Flächen für die Entladung heranzuziehen.

Verein der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure. Berliner Bezirksgruppe.

Berlin, 28. Oktober 1938.

Vorsitzender: Prof. Korn.

Obering. Boettger, Braunschweig: „Transportanlagen für die Zellstoff- und Papierindustrie.“

Vortr. bespricht an Hand zahlreicher Lichtbilder Transportanlagen für Rundhölzer, Entladungsvorrichtungen für Holz aus offenen und geschlossenen Waggons, Transportanlagen für die Putzerei, automatische Kreissägen, freischwingende Plansichter, Bandwaagen, Trommelwaagen u. a.

Dr. Klauditz, Odernünde: „Analytische Schnellmethoden bei der Zellstoffuntersuchung.“

Vortr. beschreibt die im Laboratorium der Feldmühle A.-G. für die Bedürfnisse des Betriebes entwickelten Methoden und erörtert einige damit erzielte Ergebnisse. — Zur Bestimmung des Aufschlußgrades wird die Chlorverbrauchszahl durch Behandlung des Zellstoffes mit wäßriger Chlorlösung (erhalten aus alkalischer Hypochloritlösung und HCl) ermittelt. Der Einfluß der Temperatur, der Einwirkungsdauer und der Stoffdichte auf die erhaltenen Werte wird an Hand von Tabellen gezeigt. Unter den bei der Schnellmethode gewählten Bedingungen besteht bei Fichten-Sulfitzellstoff eine enge Beziehung zwischen der Chlorverbrauchszahl und der Sieber-Zahl, die gleiche Beziehung gilt jedoch nicht bei Natronzellstoff oder Buchen-Sulfitzellstoff. Das unterschiedliche Verhalten von Fichten- und Buchen-Sulfitzellstoff bei Oxydation in saurer und alkalischer Lösung beruht dabei nicht auf der durch die Feinfaserigkeit bedingten größeren Oberfläche des Buchenzellstoffes, sondern auf der Verschiedenheit der Inkrusten. Auch bei Stroh-Natronzellstoff und alkalisch gekochtem Buchenzellstoff lassen sich Chlorverbrauchszahl und Sieber-Zahl nicht auf einen Nenner bringen. — Schnellmethode zur Bestimmung der Alpha-Cellulose. Die Einheitsmethode des Unterausschusses für Faserstoffanalysen erfordert 6 h, und die Werte hängen von der Art ab, wie beim Auswaschen das Gebiet der maximalen Löslichkeit der Cellulose in Natronlauge durchlaufen wird. Zur Verkürzung der Dauer der Bestimmung und zur Vermeidung der mit dem Auswaschen verknüpften Unsicherheit werden bei der eigenen Schnellmethode nicht die in 17,5%ig. NaOH unlöslichen, sondern die in der Lauge gelösten Anteile durch Oxydation mit Bichromat-Schwefelsäure (Bubeck) ermittelt. Eine Bestimmung des Trockengehaltes des Zellstoffes ist überflüssig, wenn die Feuchtigkeitsverhältnisse des Untersuchungsraumes annähernd konstant und bekannt sind. Die Einheitsmethode

gibt meist 0,3—0,8% niedrigere Werte als die Schnellmethode, und die Werte der Einheitsmethode sind teilweise von nicht kontrollierbaren Faktoren abhängig. Auf ungebleichte Zellstoffe ist die Einheitsmethode kaum anwendbar, da hier Lignin als Alpha-Cellulose mitbestimmt würde, wohl aber die Schnellmethode. Bei letzterer gibt auch Vernachlässigung des Harz- und Aschegehaltes keine merklichen Unterschiede. Alkalisch gekochter Buchenzellstoff hat eine ganz andere Löslichkeitskurve als die anderen Zellstoffe, nämlich ein sehr spitzes Maximum der Löslichkeit bei 6%ig. NaOH. Vergleich der bei verschiedenen solcher Stoffe nach der Einheits- und Schnellmethode erhaltenen Alpha-Werte sowie der Holzgummizahlen zeigt, daß man zwar auch hier den Alpha-Cellulosegehalt bestimmen kann, daß dieser aber kein Kriterium für die chemische Weiterverarbeitung darstellt. Um auch die verschiedene Konzentrationsabhängigkeit der Alkalilöslichkeit zu erfassen, schlägt Vortr. vor, Zellstoffe durch die Löslichkeit in 5, 12 und 20%ig. NaOH zu charakterisieren. — Die Bestimmung der Holzgummizahl wird im Anschluß an Bubeck ähnlich wie bei der Bestimmung der Alpha-Cellulose durchgeführt. — Die Bestimmung der Xanthogenatviscosität nach der Einheitsmethode ist langwierig; die Bestimmung der Kupferamminviscosität geht zwar bedeutend rascher, aber leider besteht keine allgemein gültige Beziehung zwischen X- und K-Viscosität. Dies beruht wahrscheinlich darauf, daß bei gleichem mittleren Polymerisationsgrad zu Anfang die einzelnen polymeren Anteile verschieden sein können und bei der Reife in verschiedenem Grade angegriffen werden. Man kann jedoch feststellen, ob 2 Zellstoffe polymergleich aufgebaut sind und daher auch gleiche Xanthogenatviscosität geben, wenn man a) die K-Viscosität des ursprünglichen Zellstoffes bestimmt, b) den Zellstoff in Alkalicellulose überführt, diese reift, die Cellulose regeneriert und wieder die K-Viscosität bestimmt. Wenn diese gleich sind, so sind auch betriebsmäßig die Xanthogenatviscositäten gleich. Buchenzellstoff erleidet bei Zerkleinerung und Reife einen stärkeren Viscositätsabfall als Fichtenzellstoff, vielleicht wegen der größeren Oberfläche. — Bei Heranziehung der Viscositätsmessung zur Betriebskontrolle in der Zellstoffherstellung wird die Kupferamminviscosität nach der früher veröffentlichten Schnellmethode⁵⁾ bestimmt. Sehr harte Zellstoffe werden vorher einer leichten Chlorierung unterworfen, da sonst zu viel ungelöstes Lignin zugegen ist. In Verbindung mit der Chlorverbrauchsrate lassen sich aus der Viscosität Schlüsse auf die Festigkeit, auf die papiertechnische Qualität und auf die chemischen Eigenschaften ziehen.

Aussprache: Auf die Anfrage von Korn, inwieweit sich Viscositätsmessungen zur Beurteilung der Festigkeit heranziehen lassen, erwidert Vortr., daß die Viscosität zur Festigkeit absolut nicht in Beziehung zu setzen ist, sondern nur in Verbindung mit der Chlorverbrauchsrate für Stoffe, die im gleichen Betriebe hergestellt worden sind. Bei gleicher Viscosität und gleicher Chlorverbrauchsrate weisen solche Stoffe gleiche papiertechnische Eigenschaften und auch wahrscheinlich dieselbe chemische Zusammensetzung auf. Die Festigkeit eines Zellstoffes ist bedingt durch die Festigkeit der Einzelfaser und durch die Menge der verklebenden Stoffe.

Verein Deutscher Portland-Cement-Fabrikanten.

Wien, am 12. und 13. September 1938.

Regierungsbaumeister Bornemann, Berlin: „*Neuere Verfahren im Eisenbetonbau.*“

Um Zugspannungen im Beton auszuschließen, sind verschiedene Verfahren entwickelt worden. So werden z. B. nach dem Vorgehen von Finsterwalder beim Brückenbau die sog. Zugglieder erst dann einbetoniert, wenn die gesamte Brücke fertig ist und die Eisenteile unter Zugspannung stehen. Auf diese Weise können erhebliche Mengen von Eisen gespart werden, und außerdem wird die sonst leicht eintretende Bildung von Rissen im Beton verhindert. Eine andere Methode ist die von Dischinger, bei der die Zughänder vor dem Einbetonieren die notwendige Zugspannung durch hydraulische Pressen erhalten. Im Gegensatz zu diesem Verfahren kann nach Freyssinet auch die Bewehrung selbst vorgespannt und da-

durch der Beton ständig unter Druck gehalten werden. Auf diesen Tatsachen beruht auch das Verhalten des neuen elastischen Stahlsaiten-Betons, der bis zu einer erheblichen Durchbiegung belastet werden kann und trotzdem nach der Entlastung wieder in die Ausgangsstellung zurückgeht. Die Stahlsaiten werden vor dem Betonieren mit 1200 kg/cm² vorgespannt.

Dr.-Ing. Büsser, Berlin-Dahlem: „*Röntgenuntersuchungen an Zement.*“

Nach dem Zweck der Analyse sind zwei Gruppen von Verfahren zu unterscheiden: Die Mineralbestimmung an Zementen, Rohmehlen usw. wird nach dem Debye-Scherrer-Verfahren durchgeführt, während die Bestimmung der Strukturen mit Hilfe der übrigen Methoden vorgenommen wird. Wegen ihrer Kompliziertheit kommen diese Verfahren vorläufig für die Betriebsüberwachung noch nicht in Frage. Mit Hilfe des Debye-Scherrer-Verfahrens ist nicht nur eine qualitative Bestimmung der Komponenten eines Mineralgemisches möglich, sondern es läßt sich auch der mengenmäßige Anteil der Einzelbestandteile in gewissen Grenzen bestimmen. Dafür sind z. T. Spezialmethoden ausgearbeitet und besondere Aufnahmekammern gebaut worden. Durch Anwendung streng monochromatischen Lichtes kann die Empfindlichkeit der Methode auf etwa das Dreifache gesteigert werden, weil dadurch die Verschleierung des Filmes infolge der Streuung der „weißen“, nicht monochromatischen Strahlen herabgesetzt wird.

Als Ergebnis der röntgenographischen Strukturuntersuchungen wurde vom Vortr. die Kristallstruktur verschiedener bisher untersuchter Klinkerminerale beschrieben, aus der hervorgeht, daß die Hypothese Brandenbergers, der die aktive Koordinationsbetätigung des Ca⁺⁺-Ions bei hoher Temperatur als Ursache der Abbindefähigkeit dieser Verbindungen angesehen hat, zu Recht besteht. Damit hängt z. B. der instabile Zustand von Verbindungen zusammen, die unter hoher Temperatur gebildet wurden (Tricalciumsilicat, Dicalciumsilicat), weil die Koordinationszahl des Calciums bei hoher Temperatur gering (minimal 4), bei tiefer dagegen groß (8 bis 12) ist. Die Überführung in einen bei tiefer Temperatur stabilen Zustand kann entweder durch eine polymorphe Umwandlung (Zerrieseln von β -Dicalciumsilicat in γ -Dicalciumsilicat) oder durch Reaktion mit Wasser (Abbinden) bewirkt werden, wobei aus dem Wasser neue Bausteine aufgenommen werden und das Calcium sich koordinativ absättigen kann. Daneben spielen aber auch andere strukturelle Momente (Hohlräume) beim Abbindeprozeß eine Rolle, wie z. B. beim Tricalciumaluminat, Tetracalciumaluminatferrit oder Pentacalciumtrialuminat (C₁₂A₇), die nach dem Bauprinzip bestimmter Idealstrukturen (Perowskit bzw. Granat) aufgebaut sind, aber wegen ihrer von den Idealstrukturen abweichenden stöchiometrischen Zusammensetzungen starke Löcher bzw. Verzerrungen im Gitter zeigen.

Auch auf die Bauprinzipien der Hydrate ging Vortr. kurz ein, er mußte aber feststellen, daß hier noch eine Menge zu tun übrigbleibt und die Untersuchung dieser Verbindungen durch ihren komplizierten Gitterbau außerordentlich erschwert ist.

Prof. Dr. Eitel, Berlin-Dahlem: „*Bestimmung der Abbindewärme des Zementes.*“

Zur Bestimmung der Abbindewärme dienen indirekte und direkte Verfahren. Das erste Verfahren beruht darauf, daß die Lösungswärme einer hydratisierten und einer unhydratisierten Zementprobe in derselben Säure gemessen und daraus die Abbindewärme berechnet wird. Es läßt sich vorwiegend anwenden für langfristige Versuche, die über mehrere Monate ausgedehnt werden können, während das oft recht wichtige Verhalten des Zementes in den ersten Stunden nach dem Anmachen mit dieser Methode nicht erfaßt werden kann.

Die zweite Gruppe umfaßt die adiabatischen Verfahren, bei denen die Umgebung der Zementprobe (Wasser- oder Luftbad) stets auf derselben Temperatur gehalten wird wie die des abbindenden Zementes, dessen Temperaturkurve mit Hilfe von Thermoelementen oder Thermometern gemessen wird. — Eine andere Art ist die sog. Thermosflaschenmethode, bei der der Temperaturanstieg des Zementes in einem wärmeisolierenden Gefäß gemessen wird. Das Wasserbad, in dem der Zement steht, wird hierbei während der ganzen Versuchsdauer auf einer konstanten Temperatur gehalten. Somit setzt

⁵⁾ Schütz, Klauditz u. Winterfeld, Papierfabrikant 85, 117 [1937]; diese Ztschr. 50, 480 [1937].