

Feinreinigermasse.1. Wasser.

20,0 g der fein gepulverten Masse werden mit 100 cm<sup>3</sup> Xylol zwei Stunden lang im Kolben am Rückfluskkühler nach der Methode von Marcusson, wie sie für die Wasserbestimmung in Ölen nach den Richtlinien für den Einkauf und die Prüfung von Schmiermitteln maßgebend ist, erhitzt.

Die gefundene Wassermenge ergibt, mit 5 multipliziert, den Gehalt der Masse an Wasser in Gew. %.

Beispiel.

Angewandt: 20,0 g

Gefunden: 1,8 cm<sup>3</sup>

$$\underline{H_2O = 1,8 \cdot 5 = 9,0 \%}$$

$$\underline{H_2O = 9,0 \%}$$

2. Porosität.

Die im folgenden beschriebene Methode zur Porositätsbestimmung ist eine Konventionsmethode, die zwar keinen Anspruch auf absolute Genauigkeit erhebt, dafür aber ganz gute und reproduzierbare Vergleichswerte liefert.

Als Porosität wird das Verhältnis des Porenvolumens, d.h., der Summe der Hohlräume innerhalb der Feinreinigermasse, zu dem Gesamtvolumen, das die Masse einnimmt, d.i. die Summe der festen Masse und der Hohlräume, bezeichnet. Die Porosität wird ausgedrückt in Vol %, bezogen auf das Gesamtvolumen der Feinreinigermasse, nach der Gleichung

$$\text{Porosität} = \frac{\text{Porenvolumen} \cdot 100}{\text{Masse Vol.} + \text{Poren Vol.}} \quad \text{Vol \%}$$

Das Porenvolumen wird durch Verdrängung mit Benzin bestimmt. ~~Der zu diesem Zweck benutzte Apparat (s. Abb.) besteht aus einem 20 mm weiten, unten eingeschnürten Glasrohr, das sich in ein etwa 6 mm weites Rohr verjüngt, an das ein Ableitungsrohr mit Hahn angesetzt ist. An dem Rohr werden an den bezeichneten Stellen (1 u. 3) zwei Striche angebracht, die an sich ganz willkürlich gewählt werden können, dann aber für die Folge festliegen. Man markiert diese Stellen durch~~

- 2 -

Einritzen mit einem Glasmesser. (Das Volumen des Rohres von 1 - 3 darf höchstens  $50 \text{ cm}^3$  betragen).

Zunächst wird das Rohr mit Benzin (Siedegrenze  $100 - 200^\circ$ ) soweit gefüllt, daß sich im Ableitungsrohr keine Luftblasen mehr befinden und daß der untere Meniskus im Rohr genau mit der Marke 1 abschneidet. Dann läßt man das Benzin durch den Hahn bis zur Marke 3 ab und fängt es gleichzeitig quantitativ in einer  $50 \text{ cm}^3$  - Meßbürette auf, die soweit abgeschnitten ist, daß ihr Volumen nur um wenige  $\text{cm}^3$  größer<sup>ist</sup> als das Volumen des Glasrohres (von 1 - 3) beträgt. Dieses Volumen wird für den Apparat ein Mal bestimmt und bleibt für die folgenden Untersuchungen feststehen (= a).

In das bis zur Marke 1 wieder aufgefüllte Rohr bringt man nun 5 - 6 Körner der Feinreinigungsmasse (bei einer feinkörnigen Masse entsprechend mehr), die auf den vorspringenden Nasen im Röhrchen liegen bleiben. Das Porenvolumen wird von Benzin ausgefüllt. Durch leichtes Klopfen mit den Fingern bezweckt man, daß die Luft restlos aus der Masse verdrängt wird und die Blasen an die Oberfläche steigen.

Die Masse verdrängt eine entsprechende Menge Benzin, wodurch der Meniskus im Rohr von 1 bis etwa zur angedeuteten Marke 2 steigt. Die genaue Volumenzunahme, die etwa  $2-3 \text{ cm}^3$  betragen soll, wird gemessen, indem man eine entsprechende Menge Benzin durch den Hahn bis zur Marke 1 abläßt und in der Meßbürette auffängt. Die Bürette hat man vorher mit Benzin bis zum Stand von  $50 \text{ cm}^3$  gefüllt. Diese Menge Benzin (= b), die man abgelassen hat, stellt das Volumen der Masse ohne Porenvolumen dar.

Nun läßt man das Restbenzin bis zur Marke 3 ab, wobei man eine Zeit lang für den Nachlauf der Flüssigkeit warten muß. Diese Menge (= c), die man in der Meßbürette auffängt und für sich bestimmt, ist offenbar gleich der Gesamtbenzinnenge a ohne Masse- und Porenvolumen. Man erhält dann folgende Beziehungen:

a = Gesamtbenzin

b = Masse-Volumen

c = Restbenzin = Gesamtbenzin - Masse Vol-Poren Vol.

c = a - b - Poren Vol.

a - b - c = Poren-Volumen.

Setzt man die Ausdrücke

$$\text{Masse Volumen} = b$$

$$\text{Poren Volumen} = a - b - c$$

in die oben angeführte Gleichung

$$\text{Porosität} = \frac{\text{Poren Vol.} \cdot 100}{\text{Masse Vol.} + \text{Poren Vol.}} \quad \text{Vol \%}$$

ein, so erhält man

$$\text{Porosität} = \frac{(a - b - c) \cdot 100}{b + a - b - c} = \frac{(a - b - c) \cdot 100}{a - c}$$

$$\text{Porosität} = \frac{(a - b - c) \cdot 100}{a - c} \quad \text{Vol \%}$$

Darin bedeutet: a = Gesamtbenzin (Apparat Leer) (Marke 1 - 3)

b = Verdrängtes Benzin ( " 1 - 2)

c = Restbenzin ( " 1 - 3)

(Apparat gefüllt)

Beispiel.

$$a = 46,80 \text{ cm}^3$$

$$b = 2,75 \text{ "}$$

$$c = 41,70 \text{ "}$$

$$\text{Porosität} = \frac{(46,80 - 2,75 - 41,70) \cdot 100}{46,80 - 41,70} = \frac{235}{5,10} = 46,1$$

$$\text{Porosität} = 46 \text{ Vol \%}$$

Die Werte für die Porosität werden auf ganze Zahlen abgerundet.

Anmerkung.

~~Fängt man die Restbenzinmenge c nicht getrennt, sondern zusammen mit b in derselben Bürette auf, so gestaltet sich die Rechnung etwas anders, da jetzt bei der Restmenge C' die Menge b noch enthalten ist.~~

Beispiel.

$$a = 46,80 \text{ cm}^3$$

$$\text{Stand der Bürette vorher:} = 0,00 \text{ cm}^3$$

$$\text{" " " nach Zulauf von b} = 2,75 \text{ cm}^3$$

$$\text{" " " nach Zulauf von C'} = 44,45 \text{ cm}^3$$

$$\text{Jetzt ist: } a = 46,80 \text{ cm}^3$$

$$b = 2,75 \text{ "}$$

$$c' = 44,45 \text{ "}$$

$$\text{Porosität} = \frac{(a - c') \cdot 100}{a + b - c'} = \frac{(46,80 - 44,45) \cdot 100}{46,80 + 2,75 - 44,45} = 46,1$$

$$\text{Porosität} = 46 \text{ Vol \%}$$

Die Porositätsbestimmung wird 2 - 3 mal hintereinander mit verschieden großen Stücken ausgeführt.

### 3. Natriumcarbonat.

10 g der gut durchgemischten und fein gepulverten Feinreineremasse werden in einem 500 cm<sup>3</sup> Meßkolben mit etwa 200 cm<sup>3</sup> dest. Wasser erwärmt, um die Soda in Lösung zu bringen, worauf man abkühlt und mit dest. Wasser bis zur Marke auffüllt. Man filtriert nun einen Teil durch ein Faltenfilter in einen trockenen Kolben und titriert 100 cm<sup>3</sup> des Filtrats nach Zusatz von Methylorange als Indikator mit  $\frac{n}{7}$  Schwefelsäure bis zum bleibenden Farbumschlag. Während der Titration tritt eine vorübergehende Trübung von Al(OH)<sub>3</sub> auf, die aber wieder verschwindet, sobald die Lösung deutlich sauer reagiert. Man beobachtet vor dem Umschlag, daß die einfallenden Schwefelsäure-tropfen zwar anfangs eine Rotfärbung hervorrufen, die aber wieder nach Gelb umschlägt, solange noch eine Ausfällung von Al(OH)<sub>3</sub> zu beobachten ist, zu deren Wiederauflösung Schwefelsäure verbraucht wird. Die Titration ist beendet, wenn der Farbumschlag nach Rot einige Minuten bestehen bleibt.

Der Gesamtverbrauch an Schwefelsäure bis zu diesem Umschlag mit Methylorange wird als Maß für die Alkalität der Masse als Soda angegeben.

Es sei darauf hingewiesen, daß der so als Soda ermittelte Wert etwas zu hoch ist, weil man beim Abmessen der 100 cm<sup>3</sup> das Volumen des suspendierten, nicht in Lösung gegangenen Eisenhydroxyds nicht berücksichtigt hat, so daß man also beim Abmessen von 100 cm<sup>3</sup> nicht  $\frac{1}{5}$ , sondern etwas mehr als  $\frac{1}{5}$  der eingewogenen Menge erfaßt. Dieser Fehler bleibt jedoch unberücksichtigt, weil es sich auch bei dieser Bestimmung um eine Konventionmethode handelt und der Fehler außerdem nur sehr klein ist.

#### Berechnung.

$$\text{Na}_2\text{CO}_3 = \text{verbr. cm}^3 \frac{n}{7} \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 0,052997 \cdot 50 \%$$

#### Beispiel.

Einwage: 10 g/500/100

Angewandt: 2,0 g

Verbraucht: 11,50 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{7}$  H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

$$\text{Na}_2\text{CO}_3 = 11,50 \cdot 0,052997 \cdot 50 = 30,47 \%$$

$$\underline{\text{Na}_2\text{CO}_3 = 30,5 \%.}$$

4. Schüttgewicht.

Das Schütt- oder Raumgewicht wird in g/l angegeben und bezeichnet das Gewicht eines Raumliters, der von Feinreiniger-  
masse in loser Schüttung eingenommen wird.

Ein hoher Standzylinder von 1 - 2 l Inhalt wird bis zum Rand mit der Feinreiniger-  
masse gefüllt, wobei darauf zu achten ist, daß die Masse ganz lose und ohne jeden Druck eingeschüttet wird. Nach dem Füllen stößt man den Zylinder kurz auf und füllt dann gegebenenfalls noch etwas nach.

Berechnung.

$$\text{Schüttgewicht} = \frac{\text{Gewicht der Masse in g}}{\text{Volumen des Meßgefäßes in cm}^3} \text{ g/l}$$

Beispiel.

$$\text{Volumen des Meßgefäßes} = 1510 \text{ cm}^3$$

$$\text{Gewicht der Masse} = 1150 \text{ g}$$

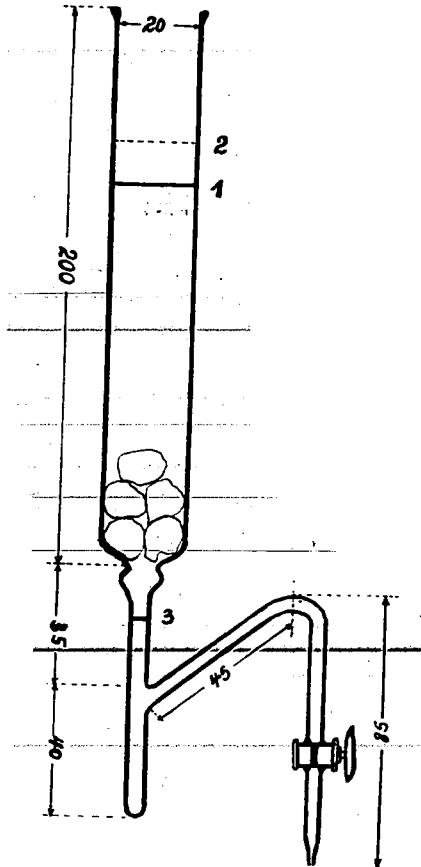
$$\text{Schüttgewicht} = \frac{1150}{1510} = 761,6 \text{ g/l}$$

$$\text{Schüttgewicht} = 762 \text{ g/l}$$

gez.: Dr. Tramm

gez.: Dr. Henke-Stark

Meßgefäß zur Bestimmung der Porosität  
in der Feinreinigungsmasse



kerne-stein  
1911-12