

Denne fil er downloadet fra  
**Danmarks Tekniske Kulturarv**  
*[www.tekniskkulturarv.dk](http://www.tekniskkulturarv.dk)*

Danmarks Tekniske Kulturarv drives af DTU Bibliotek og indeholder scannede bøger og fotografier fra bibliotekets historiske samling.

### **Rettigheder**

Du kan læse mere om, hvordan du må bruge filen, på  
*[www.tekniskkulturarv.dk/about](http://www.tekniskkulturarv.dk/about)*

Er du i tvivl om brug af værker, bøger, fotografier og tekster fra siden, er du velkommen til at sende en mail til *[tekniskkulturarv@dtu.dk](mailto:tekniskkulturarv@dtu.dk)*

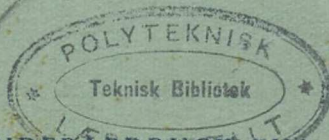
1929

A. H. M. ANDREASEN

# ZUR KENNTNIS DES MAHLGUTES

Theoretische und experimentelle Untersuchungen  
über die Verteilung der Stoffmenge auf die verschiedenen  
Korngrößen in zerkleinerten Produkten

MED EN DANSK OVERSIGT



SONDERABDRUCK AUS  
«KOLLOIDCHEMISCHE BEIHEFTE»

BAND XXVII — HEFT 6-12 (1928)

Ex. 1





K

DANMARKS  
TEKNISKE BIBLIOTEK







A. H. M. ANDREASEN

# ZUR KENNTNIS DES MAHLGUTES

Theoretische und experimentelle Untersuchungen  
über die Verteilung der Stoffmenge auf die verschiedenen  
Korngrössen in zerkleinerten Produkten

MED EN DANSK OVERSIGT



SONDERABDRUCK AUS  
»KOLLOIDCHEMISCHE BEIHEFTE«

BAND XXVII -- HEFT 6+12 (1928)

DANMARKS  
TEKNISKE BIBLIOTEK

Denne Afhandling er af den polytekniske Lære-  
anstalts Lærerraad efter Indstilling af Censorerne  
Professor C. Jacobsen og Professor, Dr. E. Schou an-  
taget til at forsvares for den tekniske Doktorgrad.

*Den polytekniske Læreanstalt.*

*København, den 9. Januar 1929.*

*P. O. Pedersen,  
Direktor.*

## FORORD

*»Reife des Mannes: das heisst den Ernst wieder-  
gefunden haben, den man als Kind hatte, beim Spiel.«*

Nærværende Undersøgelse er tænkt at skulle være Udgangspunkt for videre Udforskning af Formalingsprocessen og dens tekniske Betydning. I hvilken Grad det foreliggende Arbejde, der er blevet til inden for en teknisk Højskoles Laboratorier, har Bud dels til den ideelt forskende, dels til den i Industrien arbejdende Tekniker, faar andre dømme om. Imidlertid maa det anses for en teknisk Højskoles fornemste Pligt at glatte ud paa den Kløft, der som Følge af de forskellige Arbejdsvilkaar vel altid har eksisteret mellem Videnskabsmanden og Teknikeren, men som navnlig de senere Aars vældige Udvikling yderligere har uddybet; — og ud fra Ønsket om ikke at svigte paa dette Punkt beder jeg den polytekniske Læreanstalt modtage nærværende Afhandling.

Det er mig en Glæde ved denne Lejlighed at rette en ærbødig Tak til min tidligere foresatte, Hr. Professor P. E. Raaschou, Forstander for den polytekniske Læreanstalts Laboratorium for almen teknisk Kemi, for al Ansporing og Opmuntring til Forskningsarbejdet, samt for de uforlignelige Arbejdsvilkaar, der er blevet givet mig i de forløbne 9 Aar, i hvilke jeg har haft Ansættelse som videnskabelig Assistent ved Laboratoriet for almen teknisk Kemi. Ogsaa i Anledning af de Understøttelser, jeg i samme Tidsrum har modtaget fra det paa Professor Raaschous Initiativ oprettede Fond: »Den polytekniske Læreanstalts Fond for teknisk Kemi« tillader jeg mig at takke.

Ved de eksperimentelle Undersøgelser er jeg blevet assisteret af Ingeniør cand. polyt. P. Mortensen og ved Afhandlingens Oversættelse til Tysk af Diplomingeniør H. Hinsch. Jeg beder begge d'Hrr. modtage min hjerteligste Tak.

I en særlig Taknemlighedsgæld staar jeg til min Lærer, Filosoffen Kristian Kroman, ved hvem jeg er blevet befriet for megen falsk Lærdom, og uden hvem Lysten til at erkende maaske aldrig var kommet til Udvikling hos mig.

København, December 1928.

FORFATTEREN





### Oversigt over den foreliggende Afhandling.

Ved de talrige Lejligheder, hvor Formaling anvendes i Teknikken, er Betydningen af at kunne karakterisere det formalede Produkt paa en fuldgyltig Maade umiddelbart forstaaelig; thi kun ved en saadan Karakterisering aabner der sig Mulighed dels for at kunne vurdere Formalingens Betydning ved Produktets videre Skæbne, dels for at kunne træffe Valg mellem de til Raadighed staaende Formalingsmetoder. Medens man ved den daglige Driftskontrol her ofte kan nøjes med en enkelt Talangivelse, f. Eks. den Brøkdel af det paagældende Produkt, der er istand til at passere en given Sigte, ligger Forholdene ganske anderledes, naar det drejer sig om den videre Forskning paa disse Omraader. Her kan i Almindelighed alene det Formaal, til hvilket Produktet er bestemt, afgøre hvilken Karakteriseringsmaade, der vil være den rigtige. En nærmere Betragtning giver dog Grund til at tro, at en Oplysning om, hvorledes Stofmængden fordeler sig paa de forskellige Kornstørrelser, altid vil give en fundamental Karakterisering.

Ved det foreliggende Arbejde er det søgt at kritisere, systematisere og om muligt forbedre de til Gennemførelsen af en saadan Karakteriseringsmaade til Raadighed staaende Fremgangsmaader, for dernæst at anvende disse paa en Række typiske og for en saadan orienterende Undersøgelse egnede Stoffer ((Kvartssand), Feldspat, Flint, Glas, Mursten, Baryt, Jernglans) formalede paa en Række typiske Maskiner (Kæbeknuser, Valseværk, Slagmølle, samt Kuglemølle med saavel Staalkuglefyldning, tør Formaling som Flintfyldning, vaad Formaling). Det paa denne Maade tilvejebragte Eksperimentmateriale skulde da tjene til at belyse de Lovmæssigheder, der kan forventes at gælde med Hensyn til Stoffordelingen paa de forskellige Kornstørrelser hos formalede Produkter i Almindelighed. Af lignende Undersøgelser forefindes i det væsentlige kun de af „The United Portland Cement Research Association“ under Professor Martins Ledelse i Aarene 1920—1922 foretagne. Paa Grundlag af disse Undersøgelser, der dog kun angik kuglemølleformalet Kvartssand, har Martin opstillet den Lov, at Kornantallet i saadanne Produkter fordeler sig paa de forskellige Kornstørrelser efter the compound interest law, d. v. s. varierer eksponentielt med Kornstørrelsen.

For at kunne trænge ind i en Række Problemer den planlagte Opgave vedrørende har en særskilt mathematisk Undersøgelse været



nødvendig. Ved denne er opstillet Relationerne mellem Fordelingen af henholdsvis Stofmængden, Stofoverfladen og Kornantallet paa de forskellige Kornstørrelser indenfor samme formalede Produkt. De opstillede Relationer er dernæst anvendt under den Forudsætning, at Stofmængden fordeler sig ligeligt paa de forskellige Kornstørrelser, og det er tillige vist, hvilke Udtryk der herefter maa gælde dels for en Kornfraktions Findelingsgrad, dels for en Kornfraktions paa Grundlag af Aftælning og Vejning beregnede Middelkornstørrelse  $k_m$ . Da den senere Undersøgelse tyder paa, at den ovenfor gjorte Forudsætning om Stofmængdens Fordeling altid har tilnærmet Gyldighed hos formalede Produkter, vil de angivne Udtryk være at foretrække fremfor andre lignende i Litteraturen opstillede Udtryk, saaledes det til Beregning af surface factors anvendte „Mellors mean“.

Ved den eksperimentelle Udarbejdelse af de til Undersøgelsen af de forskellige formalede Produkter benyttede Maalemethoder valgtes det at anvende Sigtning, vaad Slemning og Sedimentation. Det var her den ledende Tanke i størst muligt Omfang at søge følgende Ønsker opfyldt: 1) At Stofmængden overalt blev henført direkte til Kornstørrelsen (og ikke til Maskevidder, Slemmehastigheder eller lignende). 2) At Maaleusikkerheden i hele det undersøgte Kornstørrelsesomraade blev den samme for alle Kornstørrelser. Begrebet Maaleusikkerhed er i denne Forbindelse blevet uddybet i et særligt Afsnit. 3) At de anvendte Fremgangsmaader kunde afpasses saaledes efter hinanden, at de tilsammen kom til at udgøre en bekvem Analysemethode inden for det størst mulige Kornstørrelsesomraade. — Af de gængse Undersøgelsesmaader kunde herefter kun Sigtningen uden videre tages i Brug, og for Sedimentationsanalysens Vedkommende maatte det af Hensyn til den ønskede Maalenøjagtighed opgives at anvende den ellers i ret udstrakt Grad benyttede Fremgangamaade, der tilstræber at realisere den saakaldte Sedimentationskurve.

Ved de indledende maaletekniske Undersøgelser, der saaledes blev nødvendige, er det først lykkedes at udarbejde en Fremgangsmaade til Bestemmelse af en Kornfraktions Middelkornstørrelse  $k_m$ . Der afvejes herefter en passende Stofmængde, som saa opslemmes homogent i Glycerin og paa denne Maade udspreddes i et stort Tællekammer, af hvis Bundareal en kendt Brøkdel aftælles (eventuelt ved Anvendelse af Mikroskop), naar de opslemmede Korn har afsat sig. Metoden er særlig anvendelig i Kornstørrelsesomraadet 0,5—0,01 mm, og den udfylder saaledes et Hul i Rækken af de øvrige paa Grundlag af Aftælling og Vejning benyttede Bestemmelsesmaader. Metoden er endvidere



hurtig, og Maaleusikkerheden beløber sig i Reglen ikke til over 1 à 2 %, hvorimod de i dette Kornstørrelsesomraade tidligere anvendte Metoder (Udmaaling af de paagældende Korn) ofte er behæftet med en Usikkerhed paa f. Eks. 15 %.

Dernæst er det undersøgt, hvorledes man bedst kan sikre sig en fuldstændig Dispersion i vandige Opslemninger af de anvendte Stoffer, idet der eventuelt som Peptisator tilsættes en passende Elektrolyt. Paa Grundlag af Sedimentationsforsøg i Reagensglas konstateredes det, at der ved Stofferne Kwartssand, Feldspat, Flint og Glas ingen Elektrolyt behøvedes, hvorimod ved Stofferne Mursten og Baryt en passende Mængde normal Kaliumcitrat og ved Jernglans en passende Mængde Natriumarsenit var nødvendig.

Endelig lykkedes det at udarbejde en kombineret Sigte-, Slemme- og Sedimentationsanalyse, der muliggør, at den til Sigteanalysen oprindelig udtagne Stofmængde kan benyttes ved de videre Undersøgelser. Den ved Sigtningen anvendte Fremgangsmaade er udarbejdet paa Grundlag af en af Forfatteren tidligere udført Undersøgelse<sup>3)</sup>, idet der ved de finere Sigter til Bekæmpelse af den her optrædende Forstoppelse tilsættes Sigtegodset smaa Søm. Det er senere vist, at en saadan Tilsætning af Søm ikke er istand til at fremkalde en yderligere Findeling og derved indføre Fejl paa de ved den videre Undersøgelse fremkommende Resultater. De benyttede Sigter var udvalgt saaledes, at deres Maskevidder voksede fra ca: 0,08 mm efter en tilnærmet Kvotientrække med Kvotient 1,5.

Ved Udarbejdningen af Slemmemethoden undersøgtes først de nærmere Betingelser for en hvirvelfri Strømning af Slemmevædsken. Paa Grundlag af denne Undersøgelse har det været muligt at anvende Serieslemning (en særlig hurtig Fremgangsmaade, mod hvilken Schöne tidligere har advaret). Det er endvidere fremhævet, at man som Slemme-hastighed ikke altid bør regne med Strømningshastigheden i Slemme-tragtens cylindriske Stykke, men derimod med en efter Længden af dette og den anvendte Vandmængde korrigeret Værdi. Det fremstillede Slemmeapparat bestod af tre Tragte af tilnærmelsesvis samme Rumfang, men med Diametrene saaledes voksende, at Fraktioneringen af det undersøgte Produkt her kunde fortsættes efter den ved Sigterne fastlagte Tiinrække. Paa denne Maade blev det muligt at gennemføre Slemningen ned til saa smaa Kornstørrelser, at Stokes' Lov (for Partiklers Faldhastighed i en Vædske) fik Gyldighed for Kornene i den mellem de to mindste Slemme-hastigheder udtagne Fraktion.

I hver af de ved Sigtning eller Slemning fremkomne Stoffraktioner

foretoges en Bestemmelse af Middelkornstørrelsen, og paa Grundlag af de saaledes bestemte Værdier for  $k_m$  i Forbindelse med Vægten af de paagældende Fraktioner blev det muligt ved Benyttelse af det i den matematiske Undersøgelse udregnede Udtryk for  $k_m$  at optegne det undersøgte Produkts Karakteristik. Ved Hjælp af denne Kurve, der afbilder den Brøkdæl af det formalede Produkt, hvis Korn er mindre end Størrelsen  $k$  som Funktion af  $k$ , faar man et bekvemt Udtryk for Stofmængdens Fordeling paa de forskellige Kornstørrelser i Produktet.

Ved den udarbejdede Fremgangsmaade ved Sedimentationsanalysen kunde den fra den forudgaaende Slemning hidrørende, af den oprindelige Stofprøves fineste Bestanddele dannede Opslemning umiddelbart anvendes. Den nye Methode, der gaar ud paa, at man bestemmer, hvorledes Stofkoncentrationen i en vis Dybde af Opslemningen varierer med Tiden, har vist sig at være overordentlig nøjagtig og bekvem. Af de saaledes fremkomne Resultater kan man ved Anvendelse af Stokes' Lov (i hvilken Konstanten er bestemt ud fra Maaling af Kornstørrelsen i den mellem de to mindste Slemmehastigheder udtagne Fraktion) umiddelbart optegne den til den overslemmede Stofmængde svarende Karakteristik. Undersøgelsen har paa denne Maade kunnet gennemføres ned til Kornstørrelser henimod  $0,1 \mu$ .

Det forventes, at de udarbejdede Metoder ogsaa vil kunne faa Betydning ved Undersøgelse af andre findelte Produkter, f. Eks. ved den mekaniske Jordbundsanalyse.

Efter en Beskrivelse af de anvendte Stoffer og de nærmere Omstændigheder ved disses Formaling er de ved Undersøgelsen fremkomne Data angivet dels tabellarisk, dels i grafisk Fremstilling, idet der tillige er gjort Rede for deres Tilforladelighed.

Sluttelig er det diskuteret, i hvor høj Grad man paa Grundlag af det tilvejebragte Eksperimentmateriale er blevet istand til at besvare en Række fundamentale Spørgsmaal vedrørende den foreslaaede Karakteriseringsmaade. Der er herved fremkommet følgende:

Der findes hos formalede Produkter ingen almindelig Lovmæssighed i Stofmængdens Fordeling paa de forskellige Kornstørrelser, idet denne varierer saavel med Formalingsmaade som med Stof.

Dernæst er det nærmere uddybet, hvorledes et Kendskab til forskellige Forhold vedrørende Brudfænomenet er en nødvendig Betingelse for, at man kan drage en analytisk Sammenligning mellem de ved forskellige Formalingsmaader fremkomne Karakteristikker. Der er her opstillet Begreberne et Korns Brudbillede og et Produkts



Findelingsbillede, og det er fremhævet som plausibelt, at et Kornets Brudbillede er uafhængigt af Kornets Størrelse, naar iøvrigt den Brud fremkaldende Paavirkning hver Gang har været af samme Art. Der er hos de paa Kæbeknuser og Valseværk formalede Produkter fundet Karakteristikker, der mere eller mindre nærmer sig den rette Linie gennem Begyndelsespunktet, medens der hos de paa Slagmølle og Kuglemølle formalede Produkter er fundet Karakteristikker med et buet Forløb med nedadvendt Hulhed. Denne Forskel er søgt forklaret ved, at Stoffet ved de to første Formalingsmaskiner fjernes systematisk, naar Kornstørrelsen er naaet under en vis Grænse, medens dette ikke er Tilfældet ved de to sidste.

Det er tillige vist, at der ved kuglemølleformalede Produkter ingen Grund er til at opretholde den af Martin fremsatte Lov (the compound interest law), og det formodes, at Aarsagen til denne Lovs Fremkomst maa søges i, at de ved de paagældende Undersøgelser benyttede (efter min Mening uheldigt valgte) Maalemetoder dels kun har kunnet anvendes i et ret lille Kornstørrelsesomraade, dels, hvad der fremgaar rent empirisk af de eksperimentelle Data, er behæftede med stor Usikkerhed.

Der er ved Undersøgelserne intet fremkommet, som tyder paa, at Kornformen i et formalede Produkt varierer med Kornstørrelsen.

(Undersøgelserne fortsættes.)





## Zur Kenntnis des Mahlgutes.

### Theoretische und experimentelle Untersuchungen über die Verteilung der Stoffmenge auf die verschiedenen Korngrößen in zerkleinerten Produkten.

Von A. H. M. Andreasen.

(Mitteilung aus dem Laboratorium für allgemeine chemische Technologie der Königl. Techn. Hochschule zu Kopenhagen.)

(Mit 24 Figuren.)

(Eingegangen am 3. Mai 1928.)

#### Inhaltsverzeichnis.

	Seite
I. Einleitung . . . . .	350
A. Allgemeine Bemerkungen . . . . .	350
B. Übersicht über die früher angewandten Verfahren bei der Charakterisierung zerkleinerter Produkte und zugleich über unsere hierdurch erworbenen Kenntnisse dieser Produkte . . . . .	352
II. Theoretische Untersuchungen . . . . .	361
A. Kritische Bemerkungen und prinzipielle Probleme, die eine Charakterisierung zerkleinerter Produkte betreffen . . . . .	361
1. Allgemeine Grundlage für eine exakte Charakterisierung eines zerkleinerten Produkts . . . . .	361
2. Kritische Würdigung der gangbaren Methoden zur Charakterisierung eines zerkleinerten Produkts . . . . .	364
3. Verschiedene Probleme, die die hervorgehobene Charakterisierungsweise betreffen . . . . .	367
B. Mathematische Untersuchungen . . . . .	370
1. Definitionen und Relationen . . . . .	370
2. Einige Anwendungen des Abgeleiteten . . . . .	374
C. Theoretische Erwägungen, die Vorbereitung der experimentellen Untersuchung betreffend . . . . .	379
1. Wahl der Meßmethoden . . . . .	379
2. Wahl der Stoffe . . . . .	380
3. Wahl der Zerkleinerungsarten . . . . .	383
D. Untersuchungen über die zulässige Meßunsicherheit, nebst Berichten über die rechnerische Behandlung der Meßresultate . . . . .	384
1. Untersuchung über die zulässige Meßunsicherheit . . . . .	384
2. Behandlung der Siebresultate . . . . .	387
3. Behandlung der Schlämmresultate . . . . .	388
4. Behandlung der Sedimentationsresultate . . . . .	388
5. Wahl der Abbildungsweise . . . . .	389



	Seite
III. Experimentelle Untersuchungen	390
A. Einleitende meßtechnische Untersuchungen	390
1. Ausarbeitung des Verfahrens bei der Bestimmung der verschiedenen Korngrößen	390
2. Untersuchungen betreffend die Dispersionsverhältnisse in wässriger Lösung bei den angewandten Stoffen	394
3. Untersuchungen über die Siebanalyse	397
4. Untersuchungen über die Schlämmanalyse	399
5. Untersuchungen über die Sedimentationsanalyse	404
B. Beschreibung der zur Untersuchung angewandten Stoffe	409
1. Feldspat	409
2. Flint	409
3. Glas	409
4. Ziegelsteine	409
5. Baryt	409
6. Eisenglanz	409
7. Quarzsand	411
C. Beschreibung der bei den Untersuchungen benutzten Zerkleinerungsmaschinen und der mit diesen vorgenommenen Versuche	411
1. Backenbrecher	411
2. Walzwerk	412
3. Schlagmühle	413
4. Kugelmühle	414
D. Rechenschaft über die Durchführung der Messungen von den primären Beobachtungen einer einzelnen Meßserie ausgehend, nebst den experimentellen Daten der Untersuchungen	415
IV. Diskussion der durch die Untersuchung erhaltenen Resultate	444
Zusammenfassung	451
Verzeichnis der angewandten Literatur	456

## I. Einleitung.

### A. Allgemeine Bemerkungen.

Obwohl die Technik schon lange den Nutzen Zerkleinerung anzuwenden erkannt hat, ist unsere Grundlage, um entscheiden zu können, in welchem Umfang die Zerkleinerung im einzelnen Falle in Anwendung zu bringen ist, außerordentlich unsicher. Indessen ist dieses fundamentale Problem\*) von zwei wesensverschiedenen Seiten zu behandeln.

Fürs erste muß man sich klar machen, welcher Art und von welcher Reichweite die Vorteile sind, die die zerkleinerte Zustandsform gegenüber der kompakten bietet, ferner wie weit diese Vorteile allein durch eine Zerkleinerung bedingt sind, oder ob sie möglicherweise auf anderem Wege herbeigerufen werden können. Diese Seite des Problems geht also darauf aus, zu formulieren, welche Forderungen man an ein zerkleinertes

\*) Einige Bemerkungen hierzu habe ich früher erwähnt.<sup>2)</sup>

Produkt stellen darf, insoweit die Erfüllung dieser Forderungen durch den Zerkleinerungsprozeß bedingt ist.

Zweitens bleibt zu beantworten, in welchem Grade man durch Zerkleinerung, d. h. auf rein mechanischem Wege imstande ist, diese Forderungen zu erfüllen, oder, was dasselbe ist, die mechanischen Methoden anzugeben, die am besten eine Zerteilung ermöglichen, und zugleich klarzulegen, worin die Hindernisse bestehen, die die Zerkleinerungstechnik vielleicht nicht zu überschreiten vermag.

Da nun die Entwicklung hier wie anderswo fortschreitet, indem man von allen zugänglichen Seiten der endgültigen Lösung zustrebt, so besteht auch das heutige Resultat darin, daß eine Anzahl Verfahren vorliegt, mit deren Hilfe man in gewissem Grade imstande ist, bei einem Produkt den Wert der Zerkleinerung für den betreffenden Zweck zu schätzen, ferner daß eine Reihe nach teilweise verschiedenen Prinzipien konstruierter Zerkleinerungsmaschinen existiert, die jede ihren Bereich, sowohl mit Rücksicht auf Stoffklasse als auch auf Zerkleinerungsgrad, hat, in dem sie den anderen Typen überlegen ist, ohne daß man deshalb behaupten kann, daß etwas Vollkommenes irgendwie erreicht ist.

Die Schwierigkeiten, das Problem erschöpfend zu behandeln, sind übrigens unmittelbar einleuchtend. Fürs erste sind die Anwendungen der zerkleinerten Phase außerordentlich mannigfaltig und verschiedenartig, woraus folgt, daß die verschiedenen Forderungen, die man stellt, sich schwierig auf eine einzelne Eigenschaft (eventuell ausgedrückt als eine Zahlengröße) bei dem zerkleinerten Produkt zurückführen lassen. Wohl kann man hier in einer großen Anzahl von Fällen die Beweggründe für die Zerkleinerung auf den Wunsch nach einer größeren Reaktionsgeschwindigkeit bei einem darauffolgenden Prozeß hinführen; aber die Arten solcher Reaktionen sind so wechselnd, daß eine Zusammenfassung der Mannigfaltigkeiten mittels solcher Betrachtungen nichts sonderlich anderes als einen Abglanz von theoretischem Wert bedingt. Zweitens besteht eine ähnliche Mannigfaltigkeit und Verschiedenheit in den Eigenschaften der festen Körper, die bestimmend sind für die Verfahren, die man anwenden will, um die gewünschte Zerkleinerung zu erzielen.

Wie man so oft auf anderen Gebieten seinen Ausgangspunkt nicht selbst wählen kann, so liegen die Verhältnisse auch hier. Einen Einblick in das, was erreicht werden soll und kann, bekommt man erst, wenn man vorliegende Produkte untersucht und darauf die Ursache zu finden versucht, daß diese sowohl bei der Zerkleinerung wie während ihres weiteren Schicksals verschiedenartig reagieren; und auf diese Weise sind auch die meisten unserer bisherigen Resultate erhalten. Betrachten



wir diese Methode zur Lösung des Problems als die natürliche, so bleibt die vorläufige Aufgabe, ein zerkleinertes Produkt charakterisieren zu können auf eine qualitativ und quantitativ vollgültige Weise, indem natürlich nur die Stoffeigenschaften, die aus der vorausgehenden Zerkleinerung hervorgehen, unsere Betrachtung angehen.

Erst wenn solche Charakteristika (Daten) vorliegen, hat man die notwendige Voraussetzung, das Verhalten des zerkleinerten Produkts in der weiteren Anwendung zu würdigen, subsidiär den Ursachen der Verschiedenheiten bei der Reaktion nachzuforschen, und hat zugleich einen bequemen Maßstab für die Wirkung einer Maschine, subsidiär eine Beziehung zwischen geleisteter Arbeit und Art und Stufe der erreichten Zerteilung.

Wie generell man hier vorgehen kann, wird natürlich bestimmt durch die oben besprochenen Mannigfaltigkeiten; und über den Wert, die Eigenschaften des zerkleinerten Produkts hervorzuheben, die ich in der vorliegenden Arbeit als primäres Charakteristikum aufgestellt habe, muß die Erfahrung allein ausschlaggebend sein. In den folgenden Abschnitten hoffe ich indessen klarzulegen, daß die gewöhnliche Charakterisierung zerkleinerter Produkte noch nicht endgültig geklärt ist, wohingegen weitere Forschung notwendig ist, darzutun, wie weit eine Charakterisierungsweise, wie die hier hervorgehobene, wirklich Möglichkeiten für eine Beleuchtung des angeführten Problems von dessen beiden Seiten eröffnet.

### **B. Übersicht über die früher angewandten Verfahren bei der Charakterisierung zerkleinerter Produkte und zugleich über unsere hierdurch erworbenen Kenntnisse dieser Produkte.**

Wie die erste Anwendung der Zerkleinerung auf die allerfrühesten Kulturformen zurückzuführen ist, so ist offenbar auch die primitive Charakterisierung eines zerkleinerten Produkts auf jene hinzuführen. Es ist eine leicht zugängliche Erfahrung, daß der Stoff sich während der Vermahlung deutlich verändert, so z. B. wird man die Form der einzelnen Körner erfassen können bis herab zu einer Korngröße von etwa 0,5 mm, und erst bei einer Größe von 0,05 mm wird es schwierig, jene voneinander zu unterscheiden. Bei dieser Grenze wird das Produkt gleichzeitig dazu übergehen, sich mehlig anzufühlen, nachdem es vorher sandig war; ebenso wie die Substanz erst, wenn die Körner kleiner werden als etwa 0,1 mm, als staubend zu bezeichnen ist. Werden die Körner kleiner als etwa 0,01 mm, werden selbst ganz trockene Substanzen im allgemeinen Neigung zum Zusammenklumpen zeigen,

und bei Korngrößen von ungefähr 0,001 mm wird die Substanz sich oftmals fettig anfühlen und eine eigentümlich anfärbende Wirkung zeigen. Daher geben schon Bezeichnungen wie Grus, Sand, Mehl, Puder und Ruß eine gewisse Charakterisierung des Zerkleinerungsgrades bei dem in Betracht kommenden Produkt.

Eine zahlenmäßige Charakterisierung zu geben sind die oben genannten Bezeichnungsweisen jedoch nicht imstande, und man hat daher bald im Sieb ein Gerät gefunden, mit dessen Hilfe es möglich wurde, eine Substanz in einen feineren und einen gröberen Anteil zu scheiden. Der Bruchteil einer vorliegenden Substanz, der imstande ist, ein Sieb zu passieren, ist also eine Zahlenangabe von allgemeinem Wert, insoweit, als ein solches Sieb leicht reproduzierbar ist. Diese Bezeichnungsweise ist noch immer die am meisten gebräuchliche, und gangbare Produkte, wie z. B. Portlandzement und Thomasschlacke werden in Hinsicht auf Zerkleinerungsgrad stets wesentlich auf diese Weise charakterisiert, was natürlich mit der außerordentlichen Bequemlichkeit und Einfachheit des Siebes zusammenhängt. Je mehr verschiedene Siebe man zur Untersuchung der Substanz verwendet, desto mehr Zahlen erhält man zu deren Charakterisierung. Die angewandten Siebe bestehen meistens aus perforiertem Blech mit runden Löchern von gegebenem Durchmesser oder aus Drahtnetz mit quadratischen Maschen, indem jedes Sieb mit einer Nummer bezeichnet wird, die in der Regel ausdrückt, wie viele Maschen per Zentimeter oder Zoll vorhanden sind. Siebe dieser Art werden hergestellt in Nummergrößen bis etwa Nr. 350 (bezogen auf altes Maß) entsprechend einer Maschenweite von etwa 0,05 mm, doch erweist es sich bei so feinen Sieben als schwierig, feste Zahlen zu erzielen, indem hier eine außerordentlich hervortretende Verstopfung der Maschen während der Siebung auftritt<sup>3)</sup>.

Die Feinheit eines Siebes durch dessen Nummer anzugeben, ist natürlich unzulänglich zur Bestimmung der Maschenweite, indem die Drahtstärke, Art und Regelmäßigkeit des Gewebes hier einwirken werden. Die Aufstellung einer normierten Siebskala wurde zuerst vorgeschlagen von Rittinger<sup>11)</sup> und später von Hutchinson<sup>38)</sup> und The Mines Trials Committee of South-Africa<sup>11)</sup>. Während in Deutschland erst spät, im Oktober 1926, standardisierte Siebe zur Anwendung bei der Analyse vorkommen<sup>15)</sup>, ist bereits seit 1910 in England auf Veranlassung von The Institute of Mining and Metallurgy die sogenannte IMM-Skala in Gebrauch. In Amerika hat die Firma W. S. Tyler Co., Cleveland, Ohio, mit Bezug auf die Spezifikationen des Bureau of Standards<sup>13)</sup>, die sogenannte



Tyler Standard Screen Scale aufgestellt. Dieselbe Firma stellt zugleich die bei diesen Spezifikationen angegebenen runden Siebe zur Analyse durch Handsiebung sowie einen mechanischen Siebapparat her, das sogenannte „Rotap-Sieb“, welches eine mäßige Verbreitung gefunden hat. Auch in Deutschland sind kürzlich ähnliche Siebapparate erschienen. \*) Ein bequemes mechanisches Schüttelsieb ohne Klopfen habe ich früher angegeben<sup>3)</sup>, und zugleich habe ich gezeigt, wie man durch Zusatz von kleinen Nägeln zum Siebgut in außerordentlich wirkungsvoller Weise das bei den feineren Sieben auftretende Verstopfen der Maschen bekämpfen kann.

Die Technik macht indessen in vielen Fällen Gebrauch von Produkten, bei denen die Zerteilung so weit fortgeschritten ist, daß eine Charakterisierung mittels Siebung unzulänglich wird. Man ist hier mit Vorteil dazu übergegangen, Schlämm- und Sedimentationsverfahren anzuwenden. Die Schlämmungs- und Sedimentationsmethoden sind namentlich entwickelt im Hinblick auf geologische und agrikulturchemische Untersuchungen, aber haben gleichzeitig auch große Anwendung gefunden in der Zerkleinerungstechnik, indem man mit deren Hilfe imstande ist, Korngrößen bis herab unter  $1\mu$  zu verfolgen. Beide Verfahren beruhen darauf, daß die Fallgeschwindigkeit der der Schwerkraft unterworfenen Körner, die sich in einem Medium aufgeschlämmt finden, stark mit der Korngröße variiert.

Durch Schlämmung, die namentlich bei Untersuchungen über Korngrößen von Teilchen von  $0,1 - 0,01$  mm zur Anwendung kommt, kompensiert man die Fallbewegung der Körner, indem man dem umgebenden Medium eine aufsteigende Bewegung erteilt. Man kann auf diese Weise das Produkt zerlegt erhalten in eine feinere Fraktion, die mitgerissen wird, und eine gröbere, die zurückbleibt. Bei der Schlämmanalyse werden normierte Apparate angewandt, und das Resultat wird häufig auf die bei der Scheidung benutzte Steiggeschwindigkeit des Mediums zurückgeführt. Je nachdem nun dieses Flüssigkeit oder Luft ist, unterscheidet man zwischen nasser und trockener Schlämmung, wobei die letztere Methode vorzugsweise bei solchen Produkten zur Anwendung kommt, die kein Wasser vertragen, z. B. Zement. Apparate zur nassen Schlämmung sind namentlich angegeben von Nöbel<sup>44)</sup>, Schöne<sup>58)</sup>, Schulze und Wolf<sup>72)</sup>, Harkort<sup>20)</sup>, Kopecky<sup>7)</sup>, Bauer<sup>8)</sup> und Moore<sup>40)</sup>, indem besonders der von Schöne ange-

\*) Siehe z. B. Zeitschr. f. angew. Chem. 40, 1340 u. 1586 (1927). Vgl. auch Untersuchungen von Förderreuther u. Rammler (7. u. 8. Berichtsf. des Kohlenstaubausschusses des Reichskohlenrates).



gebene Schlämmtrichter Verbreitung bei genauerer Untersuchung gefunden hat, während Schulzes Schlämnglas (eventuell nach Harkort abgeändert) oft in der Betriebskontrolle benutzt wird. Trocken arbeitende Schlämmapparate sind angegeben von Goreham, Gary und Lindner, Cushman und Hubbard, Mayntz-Petersen, Griffin und Thomson, Feret, Mackey, Pearson und Sligh<sup>52)</sup> und Martin<sup>35)</sup>.

Bei den Sedimentationsmethoden, die bei Korngrößen in den Grenzen von 30 bis  $0,1\mu$  zur Anwendung kommen, untersucht man den Verlauf des Absetzens der in einem ruhenden Medium aufgeschlämmten Substanz. So benutzen Atterberg<sup>7)</sup> und Bauer<sup>19)</sup> die verschiedenen Absetzungszeiten der verschiedenen Korngrößen, um die Substanz in eine Reihe von Fraktionen zu zerlegen, während andere Forscher die abgesetzte Stoffmenge als Funktion der Zeit bestimmen. Zuzufolge Odén<sup>45), 46), 47)</sup>, Johnson<sup>24)</sup>, Werner<sup>69)</sup> und Andreasen<sup>4)</sup> wird dieses durch direkte Wägung oder Messung der sich sukzessiv absetzenden Stoffmenge erreicht, wohingegen Wiegner<sup>70)</sup>, Ostwald und Hahn<sup>50)</sup>, Zunker<sup>74)</sup>, Schurecht<sup>59)</sup>, Kelly<sup>24)</sup> und Odén<sup>48)</sup> den Verlauf des Absetzens untersuchen durch Bestimmung des sukzessiv abnehmenden hydrostatischen Druckes der Aufschlammung. Auf Grund der obengenannten Sedimentationsmessungen ist man imstande, die sogenannte Sedimentationskurve zu verwirklichen, die die abgesetzte Stoffmenge als Funktion der Zeit angibt, und Svedberg<sup>64)</sup> hat gezeigt, wie man auf bequeme Weise hieraus die zur Charakterisierung des betreffenden Produkts mehr geeignete Verteilungskurve berechnen kann (siehe unten). Wieder andere Forscher wie Robinson<sup>56)</sup> Jennings, Thomas und Gardener<sup>23)</sup> und Krauß<sup>29)</sup> untersuchen den Verlauf des Absetzens, indem sie zu passender Zeit aus geeigneter Tiefe Proben der Sedimentationsflüssigkeit entnehmen, in denen dann die Stoffkonzentration bestimmt wird. Ein ähnliches Verfahren, bei dem man an Stelle der Probeentnahme die Änderung des spezifischen Gewichts in einer gewissen Tiefe der Aufschlammung als Funktion der Zeit mißt, ist angegeben von Crowther<sup>14)</sup>.

Bei Korngrößen kleiner als  $1\mu$  werden die Sedimentationsmessungen sehr langwierig, weshalb Yoder und Brigg<sup>7)</sup> hier versucht haben, die Zentrifuge anzuwenden. Während diese Methoden keine sonderliche Verbreitung gefunden haben, hat Svedberg<sup>65)</sup> eine besondere Zentrifuge konstruiert, womit es geglückt ist, Messungen über Korngrößen bis herab zu etwa  $1\mu$  auszuführen. Diese hat noch keine Verbreitung in der Technik gefunden.



Während es durch weiter oben angegebene Verfahren möglich ist, sich einen Begriff zu bilden über den Feinheitsgrad eines Stoffes, ausgehend von einem mehr oder weniger klaren Bilde von der Verteilung der Stoffmenge auf die verschiedenen Korngrößen, hat eine Reihe von Forschern versucht, jenen durch eine direkte Messung der Größe der Oberfläche des betreffenden Stoffes zu bestimmen. So benutzte Rittinger als Maß für die Oberfläche das an den Körnern nach Befeuchtung haftende Wasser, während Wolff<sup>73)</sup> auf die Weise vorging, daß das Produkt, in diesem Falle Glaskörner, eine gewisse Zeit unter kräftigem Umrühren mit Flußsäure geätzt wurde, und danach der dadurch entstandene Gewichtsverlust als Maß für die Oberfläche genommen wurde. Martin und seine Mitarbeiter<sup>33)</sup> benutzten dieselbe Methode bei vermahlenem Quarzsand, nachdem erst verschiedene, hierzu gehörige physikalisch-chemische Verhältnisse durchgearbeitet worden waren. Als Maß für die Oberfläche wandten dagegen Traube und Nishizawa<sup>67)</sup> die Menge Kaprylsäure an, die der betreffende Stoff aus einer Kaprylsäurelösung zu adsorbieren imstande war. Diese Menge wurde stalagmometrisch bestimmt durch Messung der Kaprylsäurekonzentrationen vor und nach der stattgefundenen Adsorption. Paneth und Vorwerk<sup>61)</sup> gingen auf ähnliche Weise vor, indem sie als Adsorbens Bleisulfat und als Adsorptiv einen radioaktiven Stoff benutzten, dessen adsorbierte Menge danach elektrostatisch bestimmt wurde. Die Meßunsicherheit ist von den betreffenden Forschern auf bis etwa 100 Proz. angegeben. Das Verfahren wurde später von Koehler<sup>27)</sup> aufgenommen, der gezeigt hat, daß bei einer Reihe verschiedener Stoffe unter passenden Umständen wohldefinierte Adsorptionsgleichgewichte erhalten werden können, wenn man als Adsorptiv Thorium B anwendet. Die Methode ist jedoch nur ausgearbeitet zum Vergleich von relativen Oberflächengrößen von in verschiedenem Grad vermahlenen Produkten desselben Stoffes (Quarz). Weiter haben Koehler und Matthews versucht, die Oberflächengröße eines Stoffes zu messen durch Bestimmung der Benetzungswärme<sup>28)</sup>; doch mit völlig negativem Resultat. Indessen scheint es, als ob die letztgenannten Methoden weder genügend allgemein anwendbar noch genau genug waren, um sich gegenüber den Sieb-, Schlamm- und Sedimentationsmethoden behaupten zu können. (Über eine kritische Würdigung der in diesem Abschnitt besprochenen Methoden siehe im übrigen Abschnitt II, A, 2.)

Durch die oben angeführten Verfahren hat man also streng genommen nur Mittel in die Hand bekommen, um die Feinheit zerkleinerter Produkte auf bestimmte Siebnummern, Schlammgeschwindigkeiten,



Absetzungszeiten oder dergleichen zurückführen zu können. Schöne ging indessen weiter, indem er die Schlammgeschwindigkeit in Beziehung setzte zur Größe der übergeschlämmten Körner<sup>58</sup>). Wir kommen also dazu, uns näher mit dem Begriff Größe der in zerkleinerten Produkten vorkommenden Körner zu beschäftigen. Diese Größe definierte Schöne durch eine Zahl, die dem Volumen des Korns entspricht, nämlich dem Durchmesser der Kugel, die das gleiche Volumen hat, wie das betreffende Korn. Was die Messung der mittleren Korngröße einer Kornfraktion angeht, sind verschiedene Methoden ausgearbeitet worden, indem eine Reihe Forscher auf die Art vorgehen, daß sie die Kornanzahl in einer bekannten Stoffmenge bestimmen und darauf durch Division unter Einbeziehung des spezifischen Gewichtes des Stoffes das mittlere Volumen berechnen. Solche Methoden wurden ausgearbeitet von Kühn<sup>30</sup>), der die Zeiß-Thomassche Zählkammer benutzte. Andere Forscher haben dagegen durch Ausmessen gewisser Dimensionen bei einer größeren Anzahl der betreffenden Körner versucht, sich an die obengenannte Größe zu halten. Da jedoch diese Methode auf Grund der außerordentlich wechselnden und in mathematischer Hinsicht komplizierten Form der Körner immer mit prinzipiellen Fehlern behaftet sein wird, muß hier in jedem Fall angegeben werden, welchen Ausdruck man, ausgehend von den vorgenommenen Messungen, anwenden will als Maß sowohl für die Größe des einzelnen Korns als auch für deren mittlere Größe, ein Problem, das näher erläutert ist von Perrot und Kinney<sup>53</sup>). Schöne wandte die letzte Methode an, indem er besonders regelmäßige Körner auswählte, die er als Kugeln auffaßte, entweder mit der gleichen Großkreisfläche wie die Projektion des betreffenden Korns auf das Objektglas, oder wie die Fläche einer Ellipse mit den Hauptachsen von gleicher Größe wie zwei aufeinander senkrechte Durchmesser in jener Projektion. Pearson und Sligh<sup>52</sup>) haben Maße für die Korngröße angegeben teils auf Grund der Länge und Breite der Kornprojektion und teils auf Grund dieser Größen mit Einschluß der größten Höhe des Korns über dem Objektglas. Eine mikrophotographische Methode zur Bestimmung der Größe besonders kleiner Körner, z. B. in Pigmentfarben, ist ausgearbeitet von Green<sup>18</sup>), und eine Bestimmungsweise, bei der die Korngröße aufgefaßt wird als Seite des Quadrats, das dieselbe Fläche hat wie die Projektion des Korns, ist besprochen von Perrot und Kinney<sup>53</sup>). Endlich benutzt Martin<sup>32</sup>) als Maß für die Korngröße einen einzelnen zufälligen Durchmesser in der Projektion des Korns.

Eine außerordentlich oft benutzte Methode zur Bestimmung von Korngrößen ist ihre Berechnung auf Grund der Messung der Fall-



geschwindigkeiten der betreffenden Körner in einer Flüssigkeit von bekannter Viskosität. Hier gilt unter gewissen Voraussetzungen das aus den Berechnungen Stokes' über den Widerstand einer Flüssigkeit einer bewegten Kugel gegenüber abgeleitete Gesetz:

$$r = \sqrt{\frac{9}{2} \frac{v \eta}{(\rho_k - \rho_f) G}} \quad (1)$$

wo  $r$  der Radius der Kugel,  $v$  deren Fallgeschwindigkeit,  $\rho_k$  deren spezifisches Gewicht,  $\rho_f$  das spezifische Gewicht der Flüssigkeit und  $\eta$  deren Viskosität sind.

Lamb<sup>31)</sup> zufolge tritt die Gültigkeit des Gesetzes ein, wenn  $v$  klein wird im Vergleich mit  $\frac{\eta}{\rho_f r}$ . Der demnach berechnete kritische Radius  $\bar{r}$  wird für Quarzkugeln in Wasser 0,085 mm betragen. Was die Voraussetzungen für die Gültigkeit des Gesetzes angeht, wenn es sich nicht um eine einzelne Kugel, sondern eine große Anzahl handelt, so hat Smoluchowski diese näher angegeben<sup>61)</sup>.

Das Gesetz wurde erst genauer experimentell untersucht von Allen<sup>1)</sup> und später von Arnold<sup>5)</sup> und anderen. Diesen Untersuchungen zufolge wird erwähnt, daß die Gültigkeit eingetreten sei, wenn  $r < 0,1 \bar{r}$  (Ladenburg),  $r < \sqrt{0,1} \bar{r}$  (Zeleny) und  $r < 0,6 \bar{r}$  (Arnold<sup>5)</sup>). Für in Wasser aufgeschlämmte Körner von gewöhnlichem Steingewicht können wir demnach mit der Gültigkeit des Gesetzes rechnen, wenn deren Fallgeschwindigkeit nicht 10 cm/Min. übersteigt, d. h. wenn  $r$  kleiner als etwa 0,02 mm wird.

Wieweit das Gesetz sich anwenden läßt auf nicht kugelförmige Körper, ist untersucht von Boselli<sup>10)</sup> und näher erläutert von Odén<sup>45)</sup>, der wie folgt schließt: „Wenn wir aber nicht jede einzelne Geschwindigkeit der Teilchen messen, sondern die mittlere Geschwindigkeit einer Menge Teilchen von annähernd sehr gleicher Größe, so dürfte die Wahrscheinlichkeit für die eine oder andere Fallage gleich groß sein und der berechnete mittlere Äquivalentradius dürfte der mittleren Teilchengröße ziemlich gut entsprechen.“

Unter Voraussetzung der Gültigkeit des Stokesschen Gesetzes wird es also möglich, ausgehend von der Fallzeit einer einzelnen Korngröße die Größe anderer Körner zu berechnen, wenn deren Fallgeschwindigkeit bekannt ist.

Eine nähere Behandlung des durch solche Messungen gewonnenen Zahlenmaterials ist angegeben von Jackson<sup>6)</sup>, die dem Wunsche entsprungen ist, als Maß für die Feinheit eines zerkleinerten Produkts eine Größe angeben zu können proportional mit dessen Oberfläche pr.

Gewichtseinheit. Er stellt daher den Begriff *surface factor* auf, eine Bezeichnungsweise, die im übrigen in englischsprechenden Ländern eine gewisse Verbreitung gefunden hat (vgl. hiermit den in der Agrikulturtechnik eingeführten Begriff „spezifische Oberfläche“<sup>29)</sup>,<sup>74)</sup>). Bekanntlich kann für eine gewisse Menge, z. B. ein Kilogramm, gleichartiger, gleich großer Körner deren Gesamtoberfläche dem reziproken Wert ihrer Größe proportional gesetzt werden, und Jackson definiert nun den *surface factor* zunächst für eine Fraktion von Körnern, herausgenommen im Intervall zwischen den Größen  $d_1$  und  $d_2$  als proportional dem reziproken Wert der mittleren Korngröße in jener. Der Oberflächenfaktor für ein gemeinhin zerkleinertes Produkt wird darauf berechnet, indem dieses in besondere Fraktionen zerlegt wird, wonach die Oberflächenfaktoren für diese, multipliziert mit deren relativen Gewichtsmengen, addiert werden. Auf ähnliche Weise definiert übrigens Purdy<sup>6)</sup> später einen Oberflächenfaktor. Die bei Berechnung von solchen Oberflächenfaktoren benutzte mittlere Korngröße, *average-diameter* oder *mean* setzten Jackson und Purdy gleich dem arithmetischen Mittel zwischen den Grenzen der Kornfraktionen, d. h.  $d_m = \frac{d_1 + d_2}{2}$ .

Eine nähere Betrachtung zeigt indessen, daß dieses „mean“ ganz zufällig gewählt und daher im allgemeinen falsch ist, ein Umstand, der sich unter anderem darin zeigt, daß Oberflächenfaktoren, berechnet für das gleiche Produkt, verschieden werden, wenn die Fraktionen auf verschiedene Weise gewählt werden. Mellor<sup>38)</sup> schlägt später ein anderes *mean* vor, berechnet unter der Voraussetzung, daß die Partikel in einer Fraktion „evenly graded“ sind, d. h. daß die gleiche Anzahl von jeder Größe vorhanden ist, und er kommt dadurch zu dem Ausdruck:

$$d_m = \sqrt[3]{\frac{(d_1 + d_2)(d_1^2 + d_2^2)}{4}}. \quad (2)$$

In den folgenden Jahren wurden nun verschiedene Oberflächenfaktoren vorgeschlagen, und man diskutierte darüber, welcher von diesen vorzuziehen ist, vgl. eine Abhandlung von Ashley und Emley<sup>6)</sup>, die den von der von Seger<sup>6)</sup> vorgeschlagenen Fraktionierung ausgehend aus den arithmetischen Mitteln berechneten Oberflächenfaktor verteidigt. Eine mathematische Erläuterung verschiedener *means* und deren Bedeutung ist dargelegt von Perrott und Kinney<sup>53)</sup>, die gleichzeitig das Verwerfliche, *means* aufzustellen, hervorheben, wenn deren Bedeutung nicht dem betreffenden Zweck entspricht. Unabhängig von dieser Entwicklung habe ich früher<sup>2)</sup> den Begriff „Zerkleinerungsgrad“ eingeführt für ein Produkt mit gleichartigen, gleich großen Körnern und ihn definiert



als den reziproken Wert der Kantenlänge des einzelnen Korns (in Zentimetern), indem dieses als Würfel aufgefaßt wird. Der Begriff Zerkleinerungsgrad wird dadurch synonym mit dem Begriff surface factor. An gleicher Stelle habe ich gezeigt, daß diese Definition auch dahin erweitert werden kann, allgemeine, zerkleinerte Produkte zu umfassen, und den Zerkleinerungsgrad für solche berechnet unter der Voraussetzung, daß die bei Siebung des Produktes durchfallende Stoffmenge linear mit dem Maschendurchmesser des benutzten Siebes wächst. Dieses trifft übrigens mit einer gewissen Annäherung für Fraktionen, die den gewöhnlichen zerkleinerten Produkten entnommen sind, zu. Ich komme danach zu folgendem Ausdruck für den Zerkleinerungsgrad  $Z$ :

$$Z = \sqrt{2} \frac{1 \cdot D_2 - 1 \cdot D_1}{D_2 - D_1},$$

wo  $D_1$  und  $D_2$  die Lochdurchmesser in den (rundgelöcherten) Sieben, zwischen denen die Fraktion herausgenommen ist, bedeuten. Dieser Ausdruck entspricht indessen augenscheinlich dem reziproken Wert von Laschingers mean\*), welches also für gewöhnliche Kornfraktionen wohl am natürlichsten anzuwenden ist bei Berechnung von surface factors.

Vorausgesetzt, daß wir bei einem zerkleinerten Produkt wissen, nach welchem Gesetz sich die Stoffmenge, subsidiär die Kornanzahl nach einer der Korngröße proportionalen Variablen verteilt, sind wir offenbar imstande, auf Grund einer einzelnen Fraktionierung diese Verteilung auf die Korngröße selbst hinzuführen. Von dieser Betrachtung ausgehend hat Moore<sup>40)</sup> eine Methode zur Bestimmung der Feinheit bei den verschiedenen in der Keramik angewandten feingemahlten Stoffen angegeben, mittels welcher man aus einer einzelnen Schlamm-analyse mit dem von ihm angegebenen Apparat instand gesetzt wird, graphisch den Bruchteil des Stoffes zu bestimmen, der kleinere Korngröße als 0,01 mm hat. Später hat Martin gezeigt und gleichzeitig eine Art Begründung dafür aufgestellt<sup>32)</sup>, daß die Kornanzahl in auf der Kugelmühle vermahlenem Quarzsand sich auf die verschiedenen Korngrößen nach dem compound interest law (c: exponentiell) verteilt, während Fischer<sup>16)</sup> auf Grund einiger von ihm selbst ausgeführter Versuche angibt, daß die allerfeinsten auf der Kugelmühle vermahlenen Produkte annäherungsweise aus gleich großen, gleichartigen Körnern bestehen. Von zerkleinerten Produkten, die besonders Gegenstand von Feinheitsuntersuchungen waren, sind zu nennen Zement

\*) Quelle unbekannt.

und Kohlenstaub. So ist die Feinheit des Zements untersucht von Guttman<sup>19)</sup>, der unter anderem Sedimentationsmessung nach Bauer anwandte. Als Flüssigkeit wurde hier absoluter Alkohol benutzt. Doch ist es zweifelhaft, ob der Zement in dieser Flüssigkeit im völlig dispergierten Zustand vorliegt, und die Resultate sind daher mit allem Vorbehalt aufzunehmen. Die Feinheit des auf verschiedene Weise vermahlenden Kohlenstaubes ist namentlich von Rosin und Rammler<sup>57)</sup> untersucht, die folgern, daß Feinheitsverteilung und Korngestalt von Kohlenstaub, der von Mühlen erzeugt wird, unabhängig von Mühlenbauart und Mahlweise sind. Bei der Untersuchung ist indessen wesentlich nur Siebung angewandt worden, weshalb diese nur die größeren Korngrößen umfaßt.

## II. Theoretische Untersuchungen.

### A. Kritische Bemerkungen und prinzipielle Probleme, die eine Charakterisierung zerkleinerter Produkte betreffen.

#### 1. Allgemeine Grundlage für eine exakte Charakterisierung eines zerkleinerten Produkts.

Eine Charakterisierung eines zerkleinerten Stoffes muß, um technische Bedeutung zu besitzen, ein Mittel darbieten, um entscheiden zu können, in wie hohem Grade die Vorteile, die durch Zerkleinerung erreicht werden, vorhanden sind. Um jedoch einen Einblick in die Art dieser Vorteile zu bekommen, ist es notwendig, dem weiteren Schicksal des Produkts zu folgen. Wie schon weiter oben angedeutet, stoßen wir hier auf ein außerordentlich buntes Bild. Im großen und ganzen werden sich indessen zerkleinerte Produkte in zwei Gruppen einordnen lassen, je nachdem sie aufzufassen sind als 1. Zwischenprodukt: ein Produkt, das bestimmt ist, an irgendeiner weiteren intermolekularen Reaktion teilzunehmen, wie z. B. einem chemischen Prozeß, einer Lösung oder einer Sinterung (eventuell Verglasung), (Beispiele: Schwarzpulver, Erze, Zement, Kohlenstaub und Düngemittel); oder 2. Endprodukt (Beispiele: Mineralfarben, Füllstoffe, feste Schmiermittel und Schleif- und Poliermittel). Für die Stoffe der ersten Gruppe beruht der Wert der Zerkleinerung in großen Zügen in der dann auftretenden Vergrößerung der Reaktionsgeschwindigkeit bei der darauffolgenden Umsetzung. Wenn wir uns vorläufig an solche Reaktionen halten, wo nur einer der teilnehmenden Stoffe fest ist, während die anderen flüssig oder gasförmig sind, und wo die Reaktionsprodukte allmählich aus der Reaktionszone entfernt werden, so ist die Reaktionsgeschwindigkeit hier bestimmt durch: 1. den



Reaktionsmechanismus an der eigentlichen Stoffoberfläche und 2. die Diffusionsgeschwindigkeit der reagierenden Stoffe durch die unmittelbar an der Oberfläche vorhandene Schicht, in welcher die Konzentrationsverhältnisse infolge der Reaktion andere geworden sind als in von der Reaktionszone abgelegeneren Teilen der nicht festen Phase. Für den Lösungsprozeß ist diese Gesetzmäßigkeit zuerst beleuchtet worden von Noyes und Whitney<sup>43)</sup>, und danach näher erörtert von Nernst<sup>12)</sup> auf der Grundlage von Arbeiten von Brunner. Man kann hiernach als wahrscheinlich annehmen, daß die Reaktion in der Grenzfläche so schnell verläuft, daß allein die Diffusion die Geschwindigkeit bestimmt. Obwohl man demnach in gewissen Fällen die gewünschte Reaktionsgeschwindigkeit durch hinreichende Rührung hervorrufen kann, so wird auf alle Fälle die Ausdehnung der Grenzfläche ein geschwindigkeitsbestimmender Faktor sein, und der Wert der Zerkleinerung bei dem festen Stoff ist also hier durch die dadurch entstandene Oberflächenvergrößerung bestimmt; jedoch ist hier vorauszusetzen, daß die Stoffe im zerkleinerten Zustand bis herab zu den kleinsten vorkommenden Korngrößen in für die feste Phase charakteristischen Eigenschaften auftreten. Da indessen die Oberfläche des reagierenden festen Stoffes unter dem Prozeß variiert, wird es nicht gleichgültig sein, ob diese Oberfläche das Resultat von gleich großen, gleichartigen Körnern ist, oder ob die Körner verschiedenartig und ungleich groß sind. Durch folgende Betrachtung ist dies leicht einzusehen: Nehmen wir der Einfachheit halber an, daß die Körner Kugeln sind, wird der Radius eines Kornes, indem dieser bei Beginn der Reaktion, d. h. zur Zeit  $t = 0$  gleich  $r$  ist, nach Verlauf der Zeit  $t$  gleich  $r - \varepsilon t$  sein, wobei  $\varepsilon$  unter Voraussetzung des Beibehaltens der gewöhnlichen Stoffeigenschaften als konstant angesehen werden kann. Solange nun die Größe  $\varepsilon t$  kleiner ist als der Radius des kleinsten vorkommenden Kornes, wird die gesamte Oberfläche unter der Reaktion abnehmen mit der Größe  $8\pi\varepsilon t \sum r - 4\pi n \varepsilon^2 t^2$ , d. h.  $= 4\pi n \varepsilon t (2r_m - \varepsilon t)$ , wo  $n$  die Zahl der Körner und  $r_m$  die Mittelzahl zwischen allen vorkommenden Radien sind. In diesem Fall ist es also gleichgültig, ob die Körner gleich groß sind oder nicht. Überschreitet jedoch die Größe  $\varepsilon t$  den kleinsten ursprünglich vorkommenden Kornradius, so wird der Prozeß hiernach relativ langsamer verlaufen, als wenn alle Körner der Substanz gleich groß sind. Wäre dies der Fall, so wäre nämlich die Reaktion abgeschlossen zu der Zeit  $t = \frac{r_m}{\varepsilon}$ , im entgegengesetzten Fall erst, wenn  $t = \frac{r_{\max}}{\varepsilon}$ , wo  $r_{\max}$  der größte vorkommende Kornradius ist. Die eben-



genannte Betrachtung wird indessen immer richtig sein, wenn man voraussetzt, daß die einzelnen Körner umschreibbare Polyeder sind, aber sie kann zugleich annäherungsweise durchgeführt werden unter der Voraussetzung, daß die Kornform in einem zerkleinerten Produkt nicht allzu ausgeprägt von solchen Körpern abweicht. Unter diesen Reaktionsverhältnissen ist es also keine genügende Charakterisierung, die Größe der Oberfläche anzugeben, wohingegen unter der Voraussetzung, daß die Körner während des Prozesses ihre ursprüngliche Form beibehalten, eine Auskunft darüber, wie die Gewichtsmenge des Stoffes auf die verschiedenen Korngrößen verteilt ist, eine erschöpfende Charakterisierung ergeben würde. Podszus hebt allerdings hervor, daß die Reaktionsgesetze in dem oben betrachteten System infolge einiger von ihm vorgenommenen Untersuchungen<sup>54)</sup> kaum so einfach sind, wie Nernst angibt, und er weist darauf hin, daß die Oberflächenkrümmung möglicherweise auch eine Rolle spielen kann [vgl. hiermit auch die Arbeiten von Wi. Ostwald<sup>49)</sup>, Hulett<sup>22)</sup> und Jones<sup>25)</sup>]. Diese Umstände bewirken nicht, daß wir mit einer minder erschöpfenden Charakterisierung zufrieden sein können; aber man sieht ein, daß die Verteilung der Stoffmenge auf die verschiedenen Korngrößen selbst da zur Charakterisierung der durch Zerkleinerung hinzugekommenen Eigenschaften von fundamentaler Bedeutung sein wird, jedoch unter der Voraussetzung, daß die Zerkleinerung nur rein oberflächenvergrößernd wirkt. Doch auch diese Voraussetzung scheint nicht völlig erfüllt zu sein, indem verschiedene Forscher hier gezeigt haben, daß kristallinischer Quarz bei Vermahlung auf der Kugelmühle teilweise in eine amorphe Form übergeht [siehe z. B.<sup>37)</sup>].

Endlich muß man mit der Möglichkeit rechnen, daß die besondere Kornform eines zerkleinerten Produkts mit der Zerkleinerungsmethode variieren kann, wodurch eine weitere Charakterisierung notwendig werden kann.

Die meisten in der Technik vorkommenden Reaktionssysteme sind indessen keineswegs so einfach, wie die oben betrachteten. Der chemische Reaktionsverlauf zwischen festen Stoffen gegenseitig — ein Fall, auf den Prozesse wie Sintern\*) und Verglasen oft hingeführt werden können — wurde namentlich untersucht von Tammann<sup>66)</sup>, ohne daß man doch dadurch eine Grundlage bekam, um hieraus quantitative Schlüsse über die Bedeutung der Zerkleinerung ziehen zu können. Selbst wenn die hervorgehobene Charakterisierungsweise sich deshalb unzulänglich erweisen sollte, sind doch Gründe da, um anzunehmen,

\*) Vgl. hiermit Arbeiten von Podszus<sup>55)</sup> und Hedvall<sup>21)</sup>.



daß man in ihr wesentliche Anhaltspunkte finden wird bei Erforschung der Bedeutung, die die Zerkleinerung für die hier vorkommenden Phänomene hat.

Betrachten wir demnach die unter der zweiten Gruppe zerkleinerter Produkte angeführten Beispiele, so wird die oben als notwendig angegebene Charakterisierungsweise auch hier, wenn nicht völlig erschöpfend, so doch zweckmäßig sein. Hierzu kommt, daß es z. B. bei verschiedenen keramischen Produkten von Bedeutung sein kann, eine wie große Plastizität sie besitzen, und für Mineralfarben, wieweit die Körner schuppenförmig oder nicht sind, und für Kautschukfüllstoffe, ob sie ohne scharfe Kanten sind usw., aber nur soweit wir auf zerkleinerungstechnischem Wege imstande sind, in dieser Hinsicht eingreifen zu können, berühren solche Charakterisierungen die Aufgabe.

Was endlich die Charakterisierung des zerkleinerten Produkts als Mittel zum Vergleichen der Zerkleinerungsmethoden angeht, ist es schwierig, zu sagen, wieweit die Angabe einer einzelnen Zahlengröße hier zureichend sein wird. Wohl diskutiert man in der Keramik zuweilen die Frage, wieweit die Qualität von auf der Kugelmühle vermahlenden Produkten mit solchen, die nach älteren, mehr Kraft verbrauchenden Methoden gemahlen sind, auf gleicher Höhe steht; aber solange unser Wissen von den relativen Mengen der feinsten Korngrößen in den gewöhnlichen zerkleinerten Produkten so gering ist, wird es kaum möglich sein, etwas Bestimmtes zu äußern, inwieweit die Feinheit allein oder möglicherweise auch die Zerkleinerungsart hier eine Rolle spielt. Auch in diesem Punkt sieht man, daß eine Aufklärung über die Verteilung der Stoffmenge auf die verschiedenen Korngrößen von fundamentaler Bedeutung für die weitere Erforschung der hier vorkommenden Probleme sein wird.

## 2. Kritische Würdigung der gangbaren Methoden zur Charakterisierung eines zerkleinerten Produkts.

Die nächste Aufgabe ist nun: Wie realisiert man die vorgeschlagene Charakterisierungsweise? Die Wahl zwischen den hier zur Verfügung stehenden Methoden wird diktiert sein von 1. dem Bereich dieser Methoden, 2. deren meßtechnischer Sicherheit, 3. deren Bequemlichkeit. Die Verteilung der Gewichtsmenge, subsidiär der Kornanzahl auf die verschiedenen Korngrößen wird, wie früher erwähnt, festgestellt durch Siebung, Schlämmung und Sedimentation, indem man durch die beiden ersten dieser Verfahren instand gesetzt wird, das vorliegende Produkt in Fraktionen zu zerlegen, in welchen man dann, wenn man



nicht das Resultat auf das betreffende Sieb oder die Schlämmsgeschwindigkeit, sondern auf die Korngröße zurückzuführen wünscht, diese entweder durch Zählung der Körner in einer bestimmten Stoffmenge oder durch Ausmessung von gewissen Dimensionen bei einer passenden Anzahl Körner bestimmen kann. Von diesen beiden Bestimmungsmethoden scheint die erste unmittelbar die am meisten zusagende zu sein. Teils entspricht das bei ihr entstandene Maß für die Korngröße unmittelbar dem Volumen, so wie es die Definition voraussetzt, teils wird die Zurückführung einer Ausmessung gewisser linearer Dimensionen auf eine definierbare Korngröße stets mit großen prinzipiellen Fehlern behaftet sein, besonders wenn keine Rücksicht darauf genommen wird, daß die Körner sich so flach wie möglich auf die angewandte Unterlage legen [vgl. <sup>52)</sup>, S. 49]. Außerdem wird hier auf Grund der außerordentlich wechselnden Form der Körner eine große Anzahl von Ausmessungen nötig sein. Wie das Folgende zeigt, ist es denn auch in der vorliegenden Arbeit geglückt, ein bequemes und genaues Verfahren nach dem erstgenannten Prinzip zur Bestimmung von Korngrößen im Bereich von etwa 0,5 mm bis etwa 0,01 mm auszuarbeiten.

Indem man damit rechnet, daß der bequeme Meßbereich beim Sieben bis zu Korngrößen von etwa 0,07 mm herabreicht, wird die Schlämmung hier eine natürliche Ablösung bilden. Was Luftschlämmung angeht, so ist diese vielleicht recht bequem und allgemein anwendbar, aber bei genaueren Untersuchungen muß man allerdings folgende entscheidenden Einwände gegen sie richten: 1. Es war hier bisher nicht möglich, die aus den kleinsten Korngrößen bestehende Fraktion zu isolieren, geschweige denn weiter zu untersuchen. 2. Die Strömungsverhältnisse in der Schlämmluft und der Widerstand der Partikeln gegen diese ist relativ wenig bekannt. 3. Es tritt hier eine Neigung des Produktes auf, an den Wänden des Schlämmapparates hängen zu bleiben, ein Übelstand, der oft durch besondere Verfahren bekämpft werden muß [vgl. <sup>35)</sup>]. Endlich ist die zur Reinschlämmung notwendige Zeit [vgl. <sup>35)</sup>] unverhältnismäßig lang, ein Umstand, der darauf hinweist, daß die Strömungsverhältnisse höchst unregelmäßig sein müssen. Schon der erste dieser Einwände spricht entscheidend zum Vorteil für Naßschlämmung, wenn sich nicht ganz besondere Verhältnisse geltend machen, da man bei diesem Verfahren die feinste Fraktion in einer solchen Form erhält, daß sie unmittelbar weiterer Untersuchung durch Sedimentation unterworfen werden kann. Zugleich kann die Schlämmanalyse bis zu so kleinen Geschwindigkeiten fortgesetzt werden, daß Stokes' Gesetz Gültigkeit bekommt. Voraus-



gesetzt, daß die Kornform in zerkleinerten Produkten unabhängig von der Korngröße ist, kann man hier auf Grundlage solcher Geschwindigkeiten, in Verbindung mit der Korngröße der zwischen ihnen entnommenen Fraktion, die für die folgende Sedimentationsanalyse notwendige Konstante  $c$  in Stokes' Gesetz ableiten aus der Form:

$$k = \sqrt{\frac{h}{ct}} \quad (3)$$

wo  $k$  die Korngröße ist,  $h$  die Fallhöhe der Partikel und  $t$  die zum Fall gebrauchte Zeit.

Was endlich die Sedimentationsmessungen angeht, so werden diese bequemer als Schlämmung, sobald es sich um Körner kleiner als 0,02 mm handelt, indem die für die Schlämmung notwendige gleichmäßige Flüssigkeitsströmung hier schwierig zu realisieren ist. Es wird später gezeigt werden, daß, obwohl die Methoden, mit welchen man die sogenannte Sedimentationskurve realisiert, besonders verwendbar sind, wenn es sich darum handelt, die Stoffverteilung bei ziemlich monodispersen Produkten — z. B. solche, die durch Kondensation entstanden sind — festzustellen, selbst die genauesten von diesen recht wertlos sind, wenn von zerkleinerten Produkten die Rede ist. Von den übrigen ist wohl Atterbergs<sup>7)</sup> Methode hier anwendbar, doch ist ihre Langwierigkeit ein Übelstand. Weit mehr zweckdienlich scheinen die nach dem von Robinson<sup>56)</sup> angegebenen Verfahren ausgearbeiteten Methoden zu sein. Die bei der vorliegenden Arbeit benutzten und, wie es scheint, überraschend bequemen Apparate sind denn auch ganz nach diesem Verfahren ausgearbeitet. Es wird bemerkt, daß die hier von mir angegebenen Sedimentationsapparate unabhängig von Robinson und anderen auf gleichem Gebiet wie er arbeitenden Forschern ausgearbeitet sind, indem ich erst nach Abschluß dieser Arbeit durch eine Zuschrift an Professor Odén mit den hierhin gehörigen aus der Agrikulturtechnik stammenden Arbeiten bekannt wurde<sup>23), 29), 56)</sup>. Ich bin nichtsdestoweniger der Ansicht, daß der von mir S. 405 angegebene Sedimentationsapparat genauer arbeitet als die übrigen wesentlich nach demselben Prinzip konstruierten Apparate. So ist es höchst bedenklich, wagerecht oder sogar schräg verlaufende Körper [vgl. <sup>21)</sup>] in die Sedimentationswanne einzuführen, indem an ihrer Unterseite stets die Messung störende Konvektionsströmungen entstehen werden. Wenn die Sedimentationsmessung trotz ihrer ausgeprägten Anwendbarkeit (Korngrößenbereich: 30 — 0,1  $\mu$ ) bisher nicht weiter zur Untersuchung der feineren Bestandteile in zerkleinerten Produkten benutzt worden ist, liegt der Grund hierzu sicher in den Mängeln der bisherigen



Apparate sowie darin, daß die Entwicklung in der Agrikulturtechnik in diesem Punkt mit Schwierigkeiten auf Grund der Unübersichtlichkeit der hier auftretenden Peptisationsverhältnisse zu kämpfen hatte.

Betreffs der Stoffmenge, die sich auf noch kleinere Korngrößen verteilt, als solche, die sich durch Sedimentation verfolgen lassen, müssen weitere Untersuchungen entscheiden, ob sich ein so starkes Interesse an diese knüpft, daß es begründet ist, hier neue und offenbar komplizierte Methoden in Anwendung zu bringen.

Wie oben besprochen, können die direkten Bestimmungsmethoden der Oberfläche des zerkleinerten Produkts bei dessen Charakterisierung auch von Interesse sein. Von den oben genannten Meßmethoden sind wohl die, die sich auf Adsorption gründen, im Prinzip am meisten einwandfrei. Jedoch ist zu bemerken, daß die Meßunsicherheit hier allzu groß zu sein scheint. Die Ätzungsmethoden geben offenbar rein empirisch ein viel sichereres Zahlenmaterial [vgl. <sup>33</sup>], aber es ist doch zweifelhaft, ob dieses ohne weiteres als Maß für die Oberfläche des untersuchten Stoffes genommen werden kann. Fürs erste muß der Ätzungsprozeß mit Rücksicht auf die Meßgenauigkeit in der Regel über so lange Zeit ausgedehnt werden, daß die kleinsten Körner längst aufgelöst sind, ein Umstand, der eine einfache Deutung des Meßresultates unmöglich macht; zweitens sprechen auch die von Podszus<sup>54</sup>) gefundenen Resultate gegen eine so einfache Deutung. Endlich ist es wohl kaum gleichgültig, wieweit die zur Ätzung angewandte Lösung mehr oder weniger koagulierend wirkt. Daß sowohl Adsorptions- als auch Ätzungsmethoden besondere Stoffeigenschaften fordern, schränkt natürlich ihre Anwendbarkeit in hohem Grade ein.

Obgleich es auf Grund einer Ätzung schwierig ist, genaue Schlüsse über die Oberflächengröße zu ziehen, ist es doch nicht ausgeschlossen, daß man auf diese Weise Zahlenwerte erzielen kann, die imstande sind, ein einigermaßen deutliches Bild der durch Zerkleinerung bei einem Stoff entstehenden Vergrößerung des Reaktionsvermögens zu geben, sowie es nicht ausgeschlossen ist, daß auf diese Weise, wenn von Produkten von annähernd gleich großen Körnern, z. B. Kornfraktionen, die Rede ist, ein Zahlenmaterial zuwege gebracht werden kann, welches die relativen Größen der Oberflächen jener auszudrücken wohl imstande ist.

### 3. Verschiedene Probleme, die die hervorgehobene Charakterisierungsweise betreffen.

Im Hinblick auf die vorhergehenden Kapitel scheint es also die Verteilung der Gewichtsmenge, subsidiär die Kornanzahl der verschiedenen Korngrößen zu sein, die als die primäre Charakterisierungsweise für ein



zerkleinertes Produkt gelten mag; auch daß eine solche sich mittels Siebung, Schlämmung und Sedimentation durchführen läßt, indem man gleichzeitig die Korngröße in den auf diese Weise entstandenen Kornfraktionen bestimmt. Wir erinnern daran, daß die allgemeine Durchführung einer solchen Charakterisierungsweise mit der Beantwortung einer Reihe Fragen zusammenhängt, von denen folgende hervorgehoben werden sollen:

1. Findet sich eine allgemeine Gesetzmäßigkeit in der Verteilung der Stoffmenge auf die verschiedenen Korngrößen in den zerkleinerten Produkten, oder variiert diese a) sowohl mit der Zerkleinerungsart, als auch b) mit dem Stoff?
2. Welche Umstände der Zerkleinerungsart sind vorzugsweise zu vergleichen mit möglichen Verschiedenheiten in der Verteilung der Stoffmenge auf die verschiedenen Korngrößen in zerkleinerten Produkten?
3. Welche Eigenschaften des Stoffes sind vorzugsweise zu vergleichen mit möglichen Verschiedenheiten in der Verteilung der Stoffmenge auf die verschiedenen Korngrößen in zerkleinerten Produkten?
4. Wieweit ist in demselben zerkleinerten Produkt die Kornform unabhängig von der Korngröße?
5. Wie variiert die Kornform in zerkleinerten Produkten a) mit der Zerkleinerungsart, b) mit dem Stoff?
6. Ruft die Zerkleinerung bei den Stoffen andere Eigenschaften hervor, als die, die sich unmittelbar auf die entstandene Oberflächenvergrößerung zurückführen lassen?

Wenn ich an dieser Stelle diese Fragen gestellt habe, so ist es teils geschehen, weil sie mir von fundamentaler Bedeutung für das ganze Eindringen in das zu lösende Problem zu sein scheinen, teils weil sie so außerordentlich mangelhaft beleuchtet sind. Obgleich Martin nebst Mitarbeitern durch eine Reihe von Untersuchungen über kugelmühle-vermahlenden Quarzsand bereits einen Beitrag in dieser Richtung gegeben hat, scheint es doch, daß seine Methoden nicht besonders gut geeignet sind, weder, was Meßbereich noch Meßgenauigkeit anbetrifft (vgl. im übrigen Martins Resultate mit den bei der vorliegenden Untersuchung erhaltenen).

Es ist selbstverständlich, daß die vorliegende Arbeit nicht imstande ist, eine erschöpfende Beantwortung aller oben gestellten Fragen zu geben. Wenn ich sie nichtsdestoweniger hervorgehoben habe, ist es,



weil sie mehr oder weniger in deren ursprünglichen Plan eingreifen: Eine Untersuchung über die Verteilung der Stoffmenge auf die verschiedenen Korngrößen in einer Reihe zerkleinerter Produkte, verschieden sowohl mit Hinsicht auf die Art des Ausgangsmaterials als auch auf die Zerkleinerungsart. Bei einer solchen Untersuchung ist jedoch von vornherein die Möglichkeit vorhanden, daß mehrere der gestellten Fragen beleuchtet werden können, wenn es auch für die meisten nur rein nebensächlich sein wird.

Mein Interesse für die skizzierte Aufgabe wurde geweckt im Sommersemester 1923, als ich einige studierende Fabrikingenieure einige Siebuntersuchungen mit einem mittels der auf S. 412 angegebenen Backenbrechertype zerkleinerten Rohphosphat vornehmen ließ. Die Siebe bestanden aus perforierten Zinkblechen mit runden Löchern, die in 14 Stufen von 23 bis 0,6 mm im Durchmesser variierten, hauptsächlich nach einer Quotientreihe. Es zeigte sich, daß eine ausgeprägte Proportionalität zwischen den Lochdurchmessern und der durchgefallenen Stoffmenge vorhanden war. Die Versuche wurden später wiederholt, wobei als Stoff Ziegelsteine und auch Feldspat benutzt wurden, und das Resultat war, daß die obengenannte Linearität auch hier hervortrat. In bezug auf Feldspat wurde die Untersuchung mit noch kleineren Korngrößen fortgesetzt, wobei teils Siebung mit Drahtsieben, teils Schlämmung mit Schönes Schlammtrichter angewandt wurden, mit dem Ergebnis, daß die Linearität auch hier auf entsprechende Weise sich fortsetzte. Erst später im September 1926 kamen die ersten von Martin und Mitarbeitern veröffentlichten Berichte<sup>32)</sup> über die von der United Portland Cement Research Association in den Jahren 1920 bis 1922 vorgenommenen Untersuchungen mir in die Hände, während die übrigen<sup>33)—37)</sup> gleichzeitig mit der Ausführung der vorliegenden Arbeit veröffentlicht wurden. Ohne Näheres von der Art dieser Untersuchungen zu kennen, hatte ich schon im Herbst 1924 durch einen Hinweis auf die obenerwähnte Institution diese Berichte zu erwerben versucht, von denen ich erfahren hatte, daß sie an die Mitglieder von Associated Portland Cement Manufacturers verteilt sein sollten. Indessen glückte es mir nur, mit dem Liquidator der Institution in Verbindung zu kommen, der sich außerstande sah, meinen Wünschen entgegenzukommen.

Ehe ich zur Besprechung der Anordnung der vorliegenden Untersuchungen übergehe, will ich erst die Begriffe festlegen, und die mathematische Analyse, die hier nötig sein wird, näher erläutern.



## B. Mathematische Untersuchungen.

### 1. Definitionen und Relationen.

Im Vorhergehenden sind häufig Ausdrücke und Begriffe angewandt, wie z. B. zerkleinerte Produkte, Korngröße und Zerkleinerungsgrad. Bevor wir zu der mathematischen Analyse der bei der Untersuchung entstehenden Probleme übergehen, wird es notwendig sein, die bei dieser benutzten Begriffe unter eine für die mathematische Behandlung hinreichend festen Form zu bringen.

Als zerkleinerte Produkte sind gemeinhin nur mechanisch zerteilte, kompakte, feste Stoffe im kristallinen oder amorphen Zustand, ohne hervortretende zähe und plastische Eigenschaften und ohne besondere (organische) Struktur gedacht.

Der Begriff Korngröße  $k$  ist aufzufassen als allein dem Volumen  $v$  des einzelnen Kornes entsprechend, indem diese als Kantenlänge (wenn nicht anders angegeben, in Zentimetern ausgedrückt) des Würfels, der dasselbe Volumen wie das betreffende Korn hat, definiert wird. Unter dem Begriff Durchschnittskorngröße  $k_m$  einer vorliegenden Anzahl Körner  $n$  werden wir in Übereinstimmung hiermit die Kubikwurzel des Mittelvolumens der Körner, d. h. das Gesamtvolumen  $V$  dividiert durch die Gesamtanzahl der Körner, verstehen.  $k_m$  wird hiernach die auf Grund der Zählung und Wägung berechnete mittlere Korngröße, die, wie man bemerkt, weder mit der Mittelzahl der Größen der einzelnen Körner identisch ist, noch mit der Mittelzahl aus den Größen, zwischen denen man die betreffende Kornmenge — als Kornfraktion betrachtet — herausgenommen sich denken kann.

Der Begriff Zerkleinerungsgrad  $Z$  ist aufzufassen als nur auf die Korngröße sich beziehend, indem er für das einzelne Korn als der reziproke Wert von dieser definiert wird. Liegt ein Produkt von gleich großen Körnern vor, so ist dessen Zerkleinerungsgrad ohne weiteres auf dieselbe Weise bestimmt. Eine Erweiterung des Begriffs, auch Produkte von ungleich großen Körnern, d. h. gewöhnliche zerkleinerte Produkte zu umfassen, nehmen wir aus folgender Betrachtung heraus vor: Liegt ein Stoffwürfel von der Kantenlänge 1 cm vor, so wird der Zerkleinerungsgrad hier gleich 1 sein, und die vorhandene Oberfläche  $o$  gleich 6 cm<sup>2</sup>. Halbiert man nun nach den drei Dimensionen, wird  $Z$  gleich 2 und  $o$  gleich 2 · 6 cm<sup>2</sup>. Halbiert man nochmals, wird  $Z$  gleich 4 und  $o$  gleich 4 · 6 und so weiter, und man kann deshalb allgemein  $Z = \frac{o}{6}$  schreiben. Liegt hingegen ein Kilogramm von Würfeln vor, so kann man hier, indem man das spezifische

Gewicht mit  $g$  und die hier vorhandene Oberfläche (in  $m^2$  gemessen) mit  $O$  bezeichnet, setzen:

$$Z = \frac{O \cdot g}{0,6}. \quad (4)$$

Von dieser Gleichung ausgehend wird nun der Zerkleinerungsgrad für ein Produkt von ungleich großen Körnern definiert, indem  $O$  hier die auf Grundlage der Größen der verschiedenen vorhandenen Körner berechnete Oberfläche pro kg wird, wobei die Körner weiterhin als Würfel aufzufassen sind. Zu bemerken ist, daß die so berechnete „Würfeloberfläche“ nicht mit der wahren Oberfläche  $\omega$  des Produkts identisch ist; sondern vorausgesetzt, daß die Kornform in einem zerkleinerten Produkt von der Korngröße unabhängig ist, ergibt sich unmittelbar, daß hier folgende Gleichung gilt:

$$\omega = \chi \cdot O \cdot P,$$

wo  $P$  das Gewicht der vorliegenden Stoffmenge in Kilogramm und  $\chi$  eine für jedes Produkt charakteristische Konstante ist.

Wir erhalten also hiernach:

$$k_m = \sqrt[3]{\frac{V}{n}}, \text{ d. h. } = \sqrt[3]{\frac{\sum k^3}{n}}, \quad (5)$$

und

$$Z = \frac{\sum k^2}{V}, \text{ d. h. } = \frac{\sum k^2}{n k_m^3}. \quad (6)$$

Da  $k_m$  durch Summation von Elementen von der Dimension des Raumes und  $Z$  durch Summation von Elementen von der Dimension der Fläche entstanden sind, sieht man ein, daß eine Beziehung zwischen ihnen im allgemeinen auf die einzelnen Elemente zurückzuführen ist. Sind indessen alle Körner gleich groß, bekommt man ohne weiteres:

$$k_m = \frac{1}{Z},$$

welche Gleichung offenbar annähernd Gültigkeit besitzt, wenn von Kornfraktionen die Rede ist.

Unter der Gewichtscharakteristik oder schlechthin Charakteristik  $C(k)$  eines zerkleinerten Produkts ist endlich zu verstehen die Stoffmenge — ausgedrückt als Bruchteil der ganzen vorliegenden Stoffmenge —, die von kleinerer Korngröße als  $k$  ist, als Funktion von  $k$ , oder mit anderen Worten: die Kurve, die entsteht, wenn man die beim Sieben durchfallende Stoffmenge als Funktion der der betreffenden Maschenweite entsprechenden Korngröße abbildet. Wenn hier die dominierende Bezeichnung Charakteristik gewählt ist, ist es



geschehen, weil diese Funktion auch in meßtechnischer Hinsicht als besonders primär und leicht zugänglich gilt.

Bei mathematischen Operationen wird indessen (vgl. das folgende) sehr oft Gebrauch von dem Differentialquotienten der Funktion  $C(k)$  gemacht werden, weshalb wir dieser Funktion einen besonderen Namen geben: Die Gewichtsverteilungskurve oder schlechthin Verteilungskurve  $V(k)$  des Produkts. Wir setzen also:

$$V(k) = C'(k). \quad (7)$$

Man sieht, daß die Größe  $V(k)\Delta k$  hiernach ein Ausdruck wird für den Bruchteil des Produkts, der aus den Körnern besteht, deren Größe innerhalb des Intervalls  $k$  bis  $k + \Delta k$  liegt.

Man sieht weiterhin, daß

$$\int_0^k V(k) dk = C(k) \quad \text{und} \quad \int_0^{k_{\max}} V(k) dk = 1.$$

Unter der Oberflächencharakteristik  $O(k)$  eines zerkleinerten Produkts ist zu verstehen die Größe der Würfeloberfläche — ausgedrückt als Bruchteil der Würfeloberfläche der ganzen vorliegenden Stoffmenge —, die der Stoffmenge zukommt, die von kleinerer Korngröße als  $k$  ist, als Funktion von  $k$ .

Man sieht ein, daß folgende Reaktion zwischen dieser und  $V(k)$  existieren muß:

$$O(k) = c \int_0^k \frac{V(k) k^2}{k^3} dk, \quad \text{d. h.} = c \int_0^k \frac{V(k)}{k} dk, \quad (8)$$

wo  $c$  eine Konstante ist, die sich bestimmen läßt, indem  $O(k) = 1$  für  $k = k_{\max}$ , d. h.

$$\frac{1}{c} = \int_0^{k_{\max}} \frac{V(k)}{k} dk.$$

Betrachten wir nun 1 kg des Stoffes, so kann dessen Würfeloberfläche  $O$  berechnet werden, indem:

$$O = \frac{0,6}{\varrho} \int_0^{k_{\max}} \frac{V(k)}{k} dk; \quad (9)$$

und man bekommt also zufolge (4):

$$Z = \int_0^{k_{\max}} \frac{V(k)}{k} dk. \quad (10)$$

Zugleich sieht man, daß der Zerkleinerungsgrad eines Kilogramms einer Fraktion herausgenommen zwischen den Korngrößen  $k_1$  und  $k_2$  ist:

$$Z_{k_1-k_2} = \frac{\int_{k_1}^{k_2} \frac{V(k)}{k} dk}{\int_{k_1}^{k_2} V(k) dk}. \quad (11)$$

Ebenso wie den Begriff: Die Gewichtsverteilungskurve eines Produkts können wir den Begriff: Die Oberflächenverteilungskurve  $O'(k)$  eines Produkts aufstellen, und man bekommt demnach:

$$O'(k) = c \frac{V(k)}{k}, \quad (12)$$

wo wieder  $c$  gleich der in (8) befindlichen Konstante ist.

Man sieht, daß die Größe  $O'(k) \Delta k$  ein Ausdruck für den Bruchteil der Würfeloberfläche des Produkts wird, der den Körnern zukommt, deren Größe innerhalb des Intervalls  $k$  bis  $k + \Delta k$  liegt.

Unter der Kornanzahlcharakteristik  $N(k)$  eines zerkleinerten Produkts ist zu verstehen die Kornanzahl — ausgedrückt als Bruchteil der ganzen vorliegenden Kornanzahl — in der Stoffmenge, die von kleinerer Korngröße als  $k$  ist, als Funktion von  $k$ .

Man sieht ein, daß folgende Relation zwischen dieser und  $V(k)$  existieren muß:

$$N(k) = c \int_0^k \frac{V(k)}{k^3} dk, \quad (13)$$

wo  $c$  eine Konstante ist, die sich bestimmen läßt, indem  $N(k) = 1$  für  $k = k_{\max}$ , d. h.

$$\frac{1}{c} = \int_0^{k_{\max}} \frac{V(k)}{k^3} dk.$$

Betrachten wir nun 1 kg des Stoffes, so kann dessen Kornanzahl  $n$  berechnet werden, indem

$$n = \frac{1000}{q} \int_0^{k_{\max}} \frac{V(k)}{k^3} dk. \quad (14)$$

Zugleich sieht man, daß die Anzahl Körner  $n_{k_1-k_2}$ , die in einem Kilogramm einer Fraktion, herausgenommen zwischen den Korngrößen  $k_1$  und  $k_2$  ist:

$$n_{k_1-k_2} = \frac{1000}{q} \frac{\int_{k_1}^{k_2} \frac{V(k)}{k^3} dk}{\int_{k_1}^{k_2} V(k) dk}, \quad (15)$$



wonach sich die Durchschnittskorngröße für diese Kornfraktion ergibt:

$$k_{m, k_1 - k_2} = \sqrt[3]{\frac{\int_{k_1}^{k_2} V(k) dk}{\int_{k_1}^{k_2} \frac{V(k)}{k^3} dk}} \quad (16)$$

Ebenso wie vorher können wir auch hier den Begriff: Die Kornanzahlverteilungskurve oder Häufigkeitskurve  $N'(k)$  eines Produkts aufstellen, und man bekommt demnach:

$$N'(k) = c \frac{V(k)}{k^3}, \quad (17)$$

wo wieder  $c$  gleich der in (13) befindlichen Konstante ist.

Man sieht, daß die Größe  $N'(k) \Delta k$  ein Ausdruck für den Bruchteil der ganzen Kornanzahl des Produkts wird, der aus den Körnern besteht, deren Größe innerhalb des Intervalls  $k$  bis  $k + \Delta k$  liegt.

Endlich wird die Sedimentationskurve eines zerkleinerten Produkts definiert als Abbild des Gewichtes  $P(t)$  der aus einer Aufschlammung nach Verlauf der Zeit  $t$  abgesetzten Stoffmenge — ausgedrückt als Bruchteil der ganzen ursprünglich aufgeschlammten Stoffmenge —, als Funktion von  $t$ . Die Relation zwischen dieser und der Gewichtsverteilungskurve des Produkts ist unter Voraussetzung der Gültigkeit des Stokesschen Gesetzes (vgl. Formel 3) zuerst von Odén<sup>45)</sup> abgeleitet, indem:

$$\frac{d^2 P(t)}{dt^2} = -\frac{1}{2} \sqrt{\frac{h}{c}} t^{-\frac{5}{2}} V \left( \sqrt{\frac{h}{ct}} \right). \quad (18)$$

Es ist zu bemerken, daß das hier Abgeleitete sich gemeinhin auch auf andere Partikelmengen als Mahlgüter anwenden läßt, z. B. auf solche, die durch Kondensation oder auf andere Weise entstanden sind.

## 2. Einige Anwendungen des Abgeleiteten.

Wir wollen schon an dieser Stelle das Abgeleitete auf ein paar spezielle Fälle anwenden:

a) Es liegt eine Charakteristik vor, von der wir wissen, daß sie im Intervall  $k_1$  bis  $k_2$  die Gleichung befriedigt:

$$C(k) = \frac{k - k_1'}{k_2 - k_1}, \quad (19)$$

(vgl. Fig. 2a, b und c, wo  $k_1 = 0,1$  und  $k_2 = 1$  ist). Wir erhalten also stets für dieses Intervall:

$$V(k) = \frac{1}{k_2 - k_1}, \quad \text{d. h. konst.} \quad (20)$$

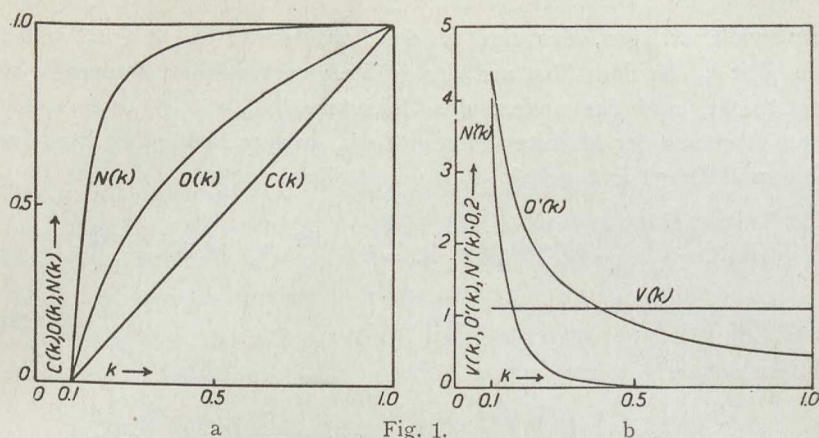


Fig. 1.

Weiterhin:  $O'(k) = \frac{c}{k_2 - k_1} \cdot \frac{1}{k}$ , wo  $c = \frac{k_2 - k_1}{1 \cdot k_2 - 1 \cdot k_1}$ ;

d. h.  $O'(k) = \frac{1}{1 \cdot k_2 - 1 \cdot k_1} \cdot \frac{1}{k}$ , (21)

und  $O(k) = \frac{1 \cdot k - 1 \cdot k_1}{1 \cdot k_2 - 1 \cdot k_1}$ , (22)

zugleich  $Z_{k_1 - k_2} = \frac{1 \cdot k_2 - 1 \cdot k_1}{k_2 - k_1}$ . (23)

Endlich bekommt man:

$$N'(k) = \frac{c}{k_2 - k_1} \cdot \frac{1}{k^3}, \text{ wo } c = -2 \frac{k_2 - k_1}{\frac{1}{k_2^2} - \frac{1}{k_1^2}},$$

d. h.  $N'(k) = 2 \frac{k_1^2 \cdot k_2^2}{k_2^2 - k_1^2} \cdot \frac{1}{k^3}$  (24)

und  $N(k) = \frac{k^2 - k_1^2}{k_2^2 - k_1^2} \cdot \frac{k_2^2}{k^2}$ . (25)

Ferner bekommt man:

$$n_{k_1 - k_2} = \frac{1000}{2e} \frac{k_1 + k_2}{k_1^2 \cdot k_2^2}, \quad (26)$$

und demnach:

$$k_{m, k_1 - k_2} = \sqrt[3]{2 \frac{k_1^2 \cdot k_2^2}{k_1 + k_2}}. \quad (27)$$

Endlich wollen wir mit Rücksicht auf die spätere Untersuchung über Meßunsicherheit die Sedimentationskurve berechnen unter der Voraussetzung, daß  $k_1$  gleich Null ist:

Wir werden bei der Ableitung dieser Kurve deren Verlauf in zwei

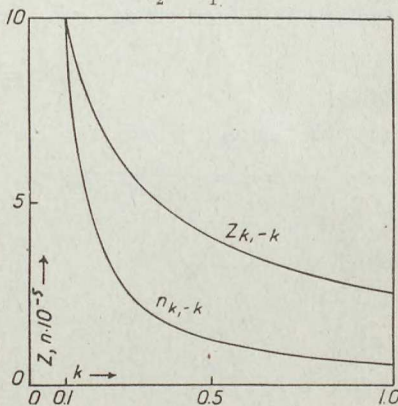


Fig. 1c.



Intervalle zerlegen, das eine ist das Zeitintervall  $0 < t < t_2$ , wobei die Zeit  $t_2$  die dem Absetzen der größten vorhandenen Korngröße  $k_2$  entspricht, und das andere das Zeitintervall  $t_2 < t < t_1$ , wo  $t_1$  die dem Absetzen der kleinsten Korngröße  $k_1$  entsprechende Zeit ist. Im Intervall  $0 < t < t_2$  erhält man unmittelbar:

$$P(t) = t \int_0^{k_2} \frac{ck^2}{h} V(k) dk, \quad \text{d. h.} = t \int_0^{k_2} \frac{ck^2}{hk_2} dk, \quad \text{d. h.} = \frac{ck_2^3}{3h} t,$$

oder für  $t = t_2$ :  $P(t) = 1/3$ . (28)

Für  $t > t_2$  erhält man gemäß (18):

$$\frac{dP(t)}{dt} = -\frac{1}{2k_2} \sqrt{\frac{h}{c}} \int t^{-\frac{5}{2}} dt, \quad \text{d. h.} = \frac{1}{3k_2} \sqrt{\frac{h}{c}} t^{-\frac{3}{2}} + C,$$

wo, indem  $\frac{dP(t)}{dt} = \frac{ck_2^3}{3h}$  für  $t = t_2$ ,  $C$  gleich Null erhalten wird. Durch Integration erhält man weiter:

$$P(t) = \frac{1}{3k_2} \sqrt{\frac{h}{c}} \int t^{-\frac{3}{2}} dt, \quad \text{d. h.} = -\frac{2}{3k_2} \sqrt{\frac{h}{c}} t + C,$$

wo, indem  $P(t) = 1/3$  für  $t = t_2$ ,  $C$  gleich 1 sich ergibt, d. h.:

$$P(t) = 1 - \frac{2}{3k_2} \sqrt{\frac{h}{c}} t. \quad (29)$$

Diese Kurve ist abgebildet Fig. 3, wo  $k_2$  gleich 1 gesetzt ist.

b) Eine Kornanzahlcharakteristik liegt vor, von der wir wissen, daß sie für Korngrößen  $< k_2$  die Gleichung befriedigt:

$$N(k) = \frac{1 - e^{-\alpha k}}{1 - e^{-\alpha k_2}}, \quad (30)$$

vgl. Fig. 2a und b, wo  $\alpha = 1000$  und  $k_2 = 0,01$  ist.

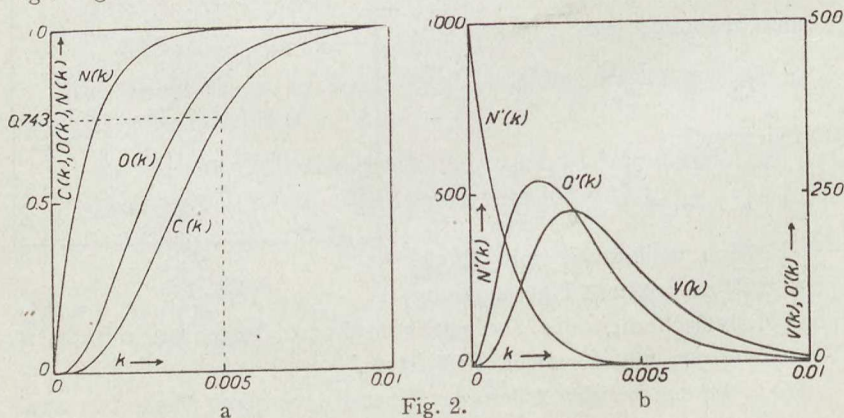


Fig. 2.

Differentiiert man obige Gleichung, ergibt sich:

$$N'(k) = \frac{\alpha}{1 - e^{-\alpha k_2}} e^{-\alpha k}. \quad (31)$$

Man sieht, daß diese Häufigkeitskurve vom Typus  $N'(k) = a e^{-bk}$  ist, d. h. daß die den verschiedenen Korngrößen entsprechende Kornanzahl the compound interest law folgt, vgl. <sup>32)</sup>. Hier ist aber zugleich  $N(k_2) = 1$ , wie die Definition voraussetzt.

Setzen wir der Kürze halber für die Größe  $\frac{\alpha}{1 - e^{-\alpha k_2}}$  die Bezeichnung  $a$ , bekommt man:

$$V(k) = c a k^3 e^{-\alpha k},$$

und durch Integration:

$$C(k) = c a \int_0^k k^3 e^{-\alpha k} dk,$$

wo  $c$  bestimmt wird, indem:

$$\frac{1}{c} = a \int_0^{k_2} k^3 e^{-\alpha k} dk.$$

Führen wir hier  $x = \alpha k$ , d. h.  $dx = \alpha dk$  ein, ergibt sich, indem wir der Kürze halber das Integral  $\int_0^x x^{n-1} e^{-x} dx$  mit  $\Gamma_0^x(n)$  bezeichnen:

$$C(k) = \frac{\Gamma_0^x(4)}{\Gamma_0^{x_2}(4)}, \quad (32)$$

und

$$V(k) = \alpha \frac{x^3 e^{-x}}{\Gamma_0^{x_2}(4)}. \quad (33)$$

Endlich bekommt man:

$$O'(k) = c a \frac{x^2 e^{-x}}{\Gamma_0^{x_2}(4)}, \quad \text{wo} \quad c = \frac{\Gamma_0^{x_2}(4)}{\Gamma_0^{x_2}(3)},$$

d. h.

$$O'(k) = \alpha \frac{x^2 e^{-x}}{\Gamma_0^{x_2}(3)}. \quad (34)$$

und

$$O(k) = \frac{\Gamma_0^x(3)}{\Gamma_0^{x_2}(3)}. \quad (35)$$

In einer Publikation<sup>36)</sup> bespricht Martin, wie man bei einem zerkleinerten Produkt unter Voraussetzung der Gültigkeit von the compound interest law instand gesetzt wird, die auf einem einer Siebserie (mit gleichmäßig wachsender Maschenweite) zugehörigen Sieb



zurückgehaltene Stoffmenge zu berechnen, d. h. die Größe  $\alpha$  zu bestimmen, wenn man die relativen Gewichtsmengen kennt, die auf zwei der Siebserie zugehörigen Sieben verbleibt, dies unter der Voraussetzung, daß die mittlere Korngröße in mittels einer solchen Siebserie entnommenen Fraktionen proportional mit der Maschenweite des Siebes wächst, von dem die betreffende Fraktion zurückgehalten wurde. Dieses ist jedoch nicht ganz der Fall. Indessen ist die Feinheit von kugelmühlevermahlenen Produkten meistens so groß, daß eine Siebfractionierung wie die oben erwähnte von untergeordnetem Interesse ist, und wir wollen deshalb etwas näher zusehen, wie die Aufgabe  $\alpha$  am besten gelöst werden kann. Mit den von mir eingeführten Bezeichnungen bedeutet dies, daß wir, von zwei Punkten der Charakteristik des Produkts ausgehend, diese Konstante bestimmen sollen, und läßt uns als diese Punkte die  $k_2$  und  $\frac{k_2}{2}$  entsprechenden wählen. Man kennt also hier die Größe:

$$Q = \frac{\Gamma_0^{\frac{x_2}{2}}(4)}{\Gamma_0^{x_2}(4)}, \quad \text{wo } x = \alpha k.$$

Wir zeichnen nun die Funktion auf:

$$F(x) = \Gamma_0^x(4) = 6 - x^3 e^{-x} - 3x^2 e^{-x} - 6x e^{-x} - 6e^{-x},$$

und bestimmen danach die Funktion  $Q = F\left(\frac{x}{2}\right) : F(x)$  aus der so gezeichneten Kurve. Auf diese Weise ist die untenstehende Tabelle zustande gekommen.

Q	$x = \alpha k_2$	Q	$x = \alpha k_2$
0,063	0	0,667	9
0,089	1	0,743	10
0,130	2	0,806	11
0,190	3	0,852	12
0,263	4	0,892	13
0,331	5	0,920	14
0,407	6	0,955	16
0,490	7	0,973	18
0,575	8	0,990	20

Durch diese läßt sich also  $\alpha$ , von  $Q$  und  $k_2$  ausgehend, bestimmen. Unmittelbar  $\alpha$  zu bestimmen, ist dagegen nicht möglich.

### C. Verschiedene Erwägungen, die Vorbereitung der experimentellen Untersuchung betreffend.

Obgleich der nähere Entwurf der experimentellen Untersuchung geschlossen vorgenommen werden muß, indem die zu wählenden Verfahren, Stoffe usw. soweit wie möglich einander anzupassen sind, wird bei der Darstellung der besseren Übersicht halber so vorgegangen werden, daß zunächst die Wahl der Meßmethoden, danach die Wahl der Ausgangsstoffe und zuletzt die der Zerkleinerungsarten besprochen werden soll.

#### 1. Wahl der Meßmethoden.

Wie früher erwähnt, war es bei der vorliegenden Untersuchung die Hauptaufgabe, experimentell zu beleuchten, wie sich die Stoffmenge in zerkleinerten Produkten auf die verschiedenen Korngrößen verteilt. Es ist jedoch gleichzeitig die Aufgabe gewesen, die zu einer solchen Untersuchung zur Verfügung stehenden Meßmethoden zu revidieren, zu systematisieren und, wenn möglich, zu verbessern, so daß das zur Lösung der Hauptaufgabe notwendige Beobachtungsmaterial auf bequeme, aber auch einwandfreie Weise erhalten werden konnte. Wie in Abschnitt II A 2. erwähnt, kommt hier namentlich die Anwendung von Siebung, nasser Schlämmung und Sedimentation in Betracht. Bei der näheren Ausbildung dieser Methoden war der leitende Gedanke, in größtmöglichem Umfang folgende Wünsche zu erfüllen: 1. Daß die Stoffmenge überall direkt auf die Korngröße und nicht auf Maschenweiten, Schlammgeschwindigkeiten oder dergleichen zurückgeführt wird. Außer daß man auf diese Weise die Charakterisierung des zerkleinerten Produkts unabhängig von besonderen Methoden und Apparaten macht, entgeht man zugleich in wesentlichem Grade verschiedenen Quellen zur Unsicherheit, die von Mängeln bei den Sieb- und Schlammoperationen herrühren. 2. Daß die Meßunsicherheit in dem ganzen untersuchten Korngrößenbereich soweit wie möglich dieselbe bleibt für alle Korngrößen. Der Begriff Meßunsicherheit ist in dieser Verbindung näher erläutert in Abschnitt II D 1. 3. Daß die angewandten Methoden in solcher Weise aneinander angepaßt werden, daß die für die Siebung ursprünglich entnommene Stoffprobe sich auch für die folgende Schlamm- und Sedimentationsuntersuchung verwenden läßt. Auf diese Weise wird offenbar die benutzte Untersuchungsmethode auch an Übersichtlichkeit gewinnen.

Unter diesen Voraussetzungen konnte von den üblichen Verfahren nur die Siebung unmittelbar angewandt werden. Ich beschloß, diese



anzuwenden bis herab zu Maschenweiten von 0,08 mm, indem feinere Siebe recht ungenau in der Verarbeitung werden, ebenso wie die Siebung sich hier schwierig durchführen läßt, vgl.<sup>3)</sup>. Da die neuen normierten Siebe<sup>15)</sup> noch nicht vorlagen, wurde unter den vorliegenden Geweben eine Serie ausgesucht, die so gewählt war, daß die Maschenweiten in ihr annähernd nach einer Quotientreihe mit dem Quotienten 1,5 wuchs. Als Siebmethode beschloß ich, Handsiebung anzuwenden bis zu Maschenweiten von wenig unter 1 mm, d. h. herab bis zu Sieb Nr. 20 einschließlich, worauf maschinelle Siebung angewandt wurde, indem das anderenorts<sup>3)</sup> näher besprochene Schüttelsieb, vgl. Fig. 6, hier benutzt wurde. Da man selbst nach halbstündiger Siebung besonders bei feineren Sieben oft nicht zu einem Zustand kommt, wo bei fortgesetzter Siebung nicht wesentlich mehr Körner durchfallen — ein Umstand, der es erschwert, genaue Schlüsse über die Beziehung der Korngröße zur Maschenweite und dadurch über das Verhältnis der Korngröße zur Kornform zu ziehen —, muß man bezüglich der Siebungszeit eine Vereinbarung treffen. Diese ist vom Bureau of Standards<sup>13)</sup> so festzulegen versucht worden, daß die per Minute durchfallende Stoffmenge einen gewissen Bruchteil der ursprünglichen Portion nicht übersteigen darf. Die Festlegung von solchen Zeiten ist indessen, vgl. Stephenson<sup>62)</sup>, eine sehr schwierige Sache, weshalb die Siebungszeit auf Grund von anderenorts<sup>3)</sup> besprochenen Erfahrungen so festgelegt wurde, daß man für Siebe, die gröber als Nr. 20 inkl. (vgl. S. 399) waren,  $\frac{1}{2}$ —2 Minuten (Handsiebung) siebte, wonach die Sichtzeit für Sieb Nr. 36 auf 3 Minuten, für die Siebe Nr. 50 und 70 auf 5 Minuten und für die Siebe Nr. 100, 140 und 200 auf 10 Minuten festgesetzt wurde. Bei den Sieben feiner als Nr. 70 inkl. beschloß ich, dem Siebgut Nägel zuzusetzen.

Über die nähere Ausbildung der verschiedenen übrigen Arbeitsweisen siehe Abschnitt III A.

## 2. Wahl der Stoffe.

Obgleich die vorliegende Untersuchung den Zweck hat, Auskunftsmaterial über zerkleinerte Produkte in aller Allgemeinheit zu liefern, konnte infolge der Zeit und der Mittel, die man hierauf verwenden konnte, nur die Rede davon sein, eine recht beschränkte Anzahl von Stoffen zu behandeln. Diese mußten daher unter größtmöglicher Rücksichtnahme daraufhin ausgesucht werden, daß sie als vollgültige Repräsentanten der in der Technik dominierenden Stoffe anzusehen sind, oder jedenfalls in möglichst vielen Beziehungen



diesen gleichen. Da hier, vgl. die Bemerkungen S. 370, nur von Stoffen die Rede ist, für welche die allgemeinen Hartzerkleinerungsmethoden, vgl. Mittag<sup>39)</sup>, zur Anwendung kommen können, sind es wesentlich Stoffe unorganischer Natur, unter denen man wählen kann. Besondere Rücksicht ist darauf zu nehmen, daß sie bei ihrem Vorkommen eine gewisse Gleichartigkeit aufweisen, so daß die Bezeichnung in größtmöglicher Ausdehnung die Eigenschaften festlegt, da sonst die Allgemeingültigkeit der Resultate stark eingeschränkt werden wird. Stoffe, wie z. B. Steinkohle und Rohphosphat, sind daher hier ausgeschlossen. Mit Rücksicht auf die Stoffeigenschaften, die sich am deutlichsten in der folgenden Zerkleinerungstechnik und deren Resultat abspiegeln, müssen wohl in erster Linie solche wie Härte und Struktur (Amorphie, Körnigkeit, Spaltbarkeit) hervorgehoben werden. Die Anzahl der in zerkleinerungstechnischer Hinsicht typischen Stoffe wird indessen wegen der Forderungen, die gestellt werden müssen, damit die ganze folgende Untersuchung so genau und bequem wie möglich werden kann, stark begrenzt. Will man also als Dispersionsmittel Wasser anwenden, indem hier die Stabilitätsverhältnisse der aufgeschlämmten Stoffe augenscheinlich die meistbekannten sind, werden alle Stoffe, die auch nur eine ganz geringe Neigung, mit diesem zu reagieren, zeigen (z. B. dadurch, daß eine Lösung oder für schwer lösliche Stoffe zugleich eine darauffolgende Anfällung auf die größeren Körner stattfindet), ausgeschlossen sein. Weiterhin ist es notwendig, daß eine vollständige Dispersion möglich wird, was indessen keineswegs für alle Stoffe gilt. Recht günstig sind die Verhältnisse, wenn man durch Zufügung eines Elektrolyten mit besonders adsorptiophilem, am liebsten mehrwertigem Ion den Einzelpartikeln eine deutliche elektrische Ladung erteilen kann. Dieses bietet jedoch oft Schwierigkeiten, indem uns hier ein ausgeprägt sicherer Leitfaden fehlt, teils weil unser Erfahrungsmaterial mangelhaft ist, und teils weil man hier nicht unmittelbar aus anderen bekannten Stoffeigenschaften Schlüsse ziehen kann. Vorläufige Versuche in dieser Richtung haben daher dazu geführt, daß folgende fünf Stoffe als besonders anwendbare Beispiele ausgewählt worden sind: a) Feldspat, b) kalzinierter Flint, c) Glas, d) Ziegelstein, e) Baryt, f) Eisenglanz. Endlich wurde beschlossen, bei einem einzelnen Versuch Quarzsand anzuwenden, um dadurch besser die gewonnenen Resultate mit den von Martin gefundenen vergleichen zu können.

a) Als Vertreter für besonders harte, spaltbare Materialien beschloß man, den in den keramischen Industrien außerordentlich oft benutzten norwegischen Feldspat (Mikroklin) zu wählen, der leicht in



großen Spaltstücken und frei von Beimischung fremder Mineralien erhältlich ist. b) Wenn kalzinierter Flint mit in Betracht gekommen ist, geschah es teils auf Grund seiner ausgedehnten Anwendung in den keramischen Industrien, teils weil es von Interesse ist zu sehen, wieweit die besondere Vorbehandlung (Kalzinierung) bewirkt, daß er als Mahlgut eine Sonderstellung einnimmt. Es wurde beschlossen, kalzinierten schwarzen dänischen Kugelflint anzuwenden, der ein besonders reines (kalk- und eisenfreies) Produkt darstellt. c) Als Vertreter für besonders amorphe Stoffe sind namentlich Flint und Glas zu erwähnen, die beide im vermahlenden Zustand Anwendung als Schleifmittel finden. Wenn Glas vorgezogen wurde, geschah es, teils weil nur Walzen eine einigermaßen bequeme Methode ist, mit der sich Flint zerkleinern läßt, teils, weil Glas in etwas geringerem Grade als Flint die beim Sieben von splittrigen Produkten entstehenden Schwierigkeiten darbietet. Man beschloß, Bruchstücke der im Schiffsbau benutzten schweren „Bullaugen“ anzuwenden. d) Daß Ziegelsteine ein wohlgeeigneter Gegenstand für Zerkleinerungsversuche sind, hat sich bei früheren Gelegenheiten gezeigt. Diese gelten als Vertreter für halbharte, „dichte“ (obwohl porige) Materialien. Es wurde beschlossen, gleichartige, gutgebrannte geflammte Steine zu nehmen, hergestellt aus einem passend mageren Lehm, ohne gröbere Beimischungen, der sich ohne Zusatz von fremden Magerungsmitteln brennen ließ. e) Als Vertreter für die halbharten kristallinen Stoffe wurde Schwerpat gewählt, der unter anderem als Substrat bei der Herstellung von Pigmentfarben benutzt wird und sich recht verbreitet vorfindet in Eruptivgängen im Harz, in den thüringischen und böhmischen Bergen, und bald als lose, schiefrige, bald als blättrige und kristallinische Spielart von großer Reinheit vorkommt. Diese letzteren beschloß man zu beschaffen. f) Obgleich Eisenglanz in struktureller Hinsicht in außerordentlich verschiedenartigen Formen vorkommt, z. B. ausgeprägt strahlig, ausgeprägt blättrig oder feinkörnig, ist dieser Stoff in die Untersuchung einbezogen worden auf Grund seiner augenscheinlich vortrefflichen Eigenschaften als Objekt bei Untersuchungen über verschiedene zerkleinerungstechnische Probleme. Fürs erste ist er vollkommen unangreifbar durch Wasser; zweitens kann seine Konzentration selbst in ganz dünnen Aufschlämmungen mit großer Sicherheit bestimmt werden (kolorimetrisch); drittens scheint es, als ob Untersuchungen auf Grund des „Ätzungsprozesses“ hier besonders bequem durchgeführt werden können, indem die bei der Ätzung gelöste Stoffmenge (Ätzungsmittel: Salzsäure) hier auf Grund der Anwendbarkeit der kolorimetrischen Bestimmungsweise besonders gering sein kann. Dieser Umstand ist



(vgl. S. 367) von besonderer Bedeutung, wenn es sich um Produkte von stark wechselnder Korngröße handelt. Da Eisenglanz beinahe immer mit Quarz eingesprengt vorkommt, müssen die zur Untersuchung bestimmten Stücke durch Sortierung ausgewählt werden. g) Als Quarzsand beschloß man, den grobkörnigen deutschen „Normalsand“ zu nehmen, der namentlich bei Untersuchung der Stärkeverhältnisse des Zements angewandt wird.

Während zerkleinerte Produkte als Quarz, Feldspat, Flint und Glas nach der allgemeinen Auffassung in reinem Wasser vollständig dispergiert sind, haben vorläufige Versuche gezeigt, daß eine Stabilisierung mit einem passenden Elektrolyten notwendig ist bei den übrigen Stoffen (siehe hierüber Abschnitt III A 2). In dieser Verbindung soll erwähnt werden, daß die Stabilitätsverhältnisse für Bariumsulfat namentlich untersucht sind von Odén<sup>46)</sup>, der hier als Stabilisator Zitratre benutzt.

### 3. Wahl der Zerkleinerungsarten.

Bei der Wahl von Zerkleinerungsmaschinen sind die gleichen Rücksichten zu nehmen wie bei der Wahl der Stoffe. Es wird also zweckmäßig sein, daß diese Maschinen die in der Technik meist gebräuchlichen Typen darstellen, wobei man Rücksicht nehmen muß, daß einige dieser Maschinen nur imstande sind, Stoffe besonderer Klasse zu zerkleinern, z. B. die besonders weichen. Eine Anwendung solcher Maschinen, besonders harten Stoffen gegenüber, wird daher von geringem Interesse sein, wenn nicht spezielle theoretische Gründe vorliegen. Indessen sollte auch bei dieser Auswahl darauf Rücksicht genommen werden, daß die Zerkleinerungsmaschinen sich in Gruppen einteilen lassen nach dem Prinzip, nach dem die Zerkleinerung erfolgt. Eine nähere Untersuchung über diese Verhältnisse wird zeigen, daß das meist benutzte Prinzip die rein drückende Wirkung in mehr oder minder hohem Grade mit einer verschiebenden Wirkung kombiniert ist, wodurch die Zerkleinerung in eine Zerreibung übergehen kann. Von anderen Zerkleinerungsprinzipien kann genannt werden die schleudernde Wirkung — die jedoch nach Fischer<sup>17)</sup> in nicht annähernd so großem Ausmaße zur Anwendung kommt, wie oftmals angenommen wird —, und die des harten Schlages, die in Stampfwerken, Hammermühlen und Rohrmühlen Verwendung findet. Dem begrenzten und skizzenmäßigen Charakter der Arbeit zufolge war auch hier eine Begrenzung notwendig. So mußte die Wahl der verschiedenen Zerkleinerungsmaschinen zwischen vorliegenden Typen getroffen werden, wie auch keine Produkte untersucht wur-



den, entstanden durch die gewöhnlich angewandte stufenweise Zerkleinerung, wo das Mahlgut als das Resultat einer mit mehreren aufeinanderfolgenden Maschinen durchgeführten Zerkleinerung vorliegt.

Als Ergebnis der in verschiedenen Hinsichten vorgenommenen Überlegungen wurde beschlossen, als Ausgangsmaterial reingesiebte Fraktionen anzuwenden und folgende Zerkleinerungsmaschinen: a) einen Backenbrecher mit geriffelten Backen, b) ein Walzwerk mit annähernd glatten Walzen, c) eine Schlagmühle von der verbreiteten Simplex-Perplex-Mühlentype, d) eine flintgefüttete Kugelmühle (Emailmühle) mit Stahlkugelfüllung und e) dieselbe Mühle mit Flintfüllung zur nassen Vermahlung.

Man sieht, daß zwischen den oben erwähnten Maschinen sich Grundformen für die bei der Hartzerkleinerung allermeist benutzten Typen vorfinden, und daß sowohl die rein drückende Wirkung (Walzwerk), als auch die reibende Wirkung (Schlagmühle) vertreten ist.

#### **D. Untersuchung über zulässige Meßunsicherheit nebst Berichten über die rechnerische Behandlung der Meßresultate.**

##### **1. Untersuchung über die zulässige Meßunsicherheit.**

Bei einer Untersuchung, wie die vorliegende, wo es sich darum handelt, zu bestimmen, wie sich die Stoffmenge auf verschiedene Korngrößen innerhalb eines gewissen Bereichs  $k_1$  bis  $k_2$  verteilt, müssen wir, ehe wir endgültig entscheiden, welche Meßgenauigkeit bei den verschiedenen für die Untersuchung zur Verfügung stehenden Methoden einzuhalten ist, näher ergründen, was es heißt, eine gewisse Meßgenauigkeit innerhalb des behandelten Bereiches durchzuführen.

Liegt das Produkt aufgespalten nach Korngröße in Fraktionen  $V(k)\Delta k$  vor, würde es, soweit uns nur die Stoffmenge, die jede Fraktion repräsentiert, interessiert, natürlich sein, diese für alle Fraktionen mit der gleichen Genauigkeit, z. B. 1 g zu bestimmen. Bei der vorliegenden Untersuchung, wo zugleich der Zerkleinerungsgrad der einzelnen Fraktionen Interesse hat, würde es wünschenswert sein, jede Fraktion mit einer dem Zerkleinerungsgrad  $Z$  entsprechenden Genauigkeit zu bestimmen, oder, was dasselbe ist, die jeder Fraktion zukommende Würfeloberfläche mit der gleichen Genauigkeit, z. B. 1 cm<sup>2</sup> zu bestimmen. Die Bedingung dafür, daß wir in dem Korngrößenbereich  $k_1$  bis  $k_2$  eine gleichartige Meßunsicherheit (Toleranz) einhalten, kann daher definitionsmäßig so formuliert werden, daß die Unsicherheit der Größe  $Z V(k)\Delta k$  (gleich  $\frac{1}{k} V(k)\Delta k$ ) für alle  $k$  dieselbe wird, d. h. daß die Un-



sicherheit bei der Bestimmung der einzelnen Fraktionen  $V(k)\Delta k$  direkt proportional mit  $k$  wird.

Werden die Messungen durch Bestimmung der Gewichtsmenge von Kornfraktionen vorgenommen, sieht man, daß diese Forderung erfüllt ist, wenn jene — indem sie in solchen Intervallen herausgenommen werden, daß  $\frac{\Delta k}{k}$  konstant ist, was bei zerkleinerten Produkten mit Annäherung dem entspricht, daß das Gewicht der herausgenommenen Fraktion proportional mit  $k$  wird — mit derselben relativen Unsicherheit bestimmt werden, z. B. 1 Proz. Werden die Messungen anstatt dessen vorgenommen (vgl. das folgende) durch Bestimmung von Stoffmengen aus Körnern, die kleiner als eine gewisse Größe sind, sieht man, daß die oben erwähnte Forderung auch hier erfüllt ist, wenn diese Stoffmengen mit derselben relativen Unsicherheit bestimmt werden.

Da die Untersuchung beabsichtigt, die gemessenen Stoffmengen auf gemessene Korngrößen hinzuführen, sieht man unmittelbar ein, daß die letzteren auch mit derselben relativen Unsicherheit bestimmt werden müssen.

Mit Bezug auf die Meßgenauigkeit der bei der vorliegenden Untersuchung in Betracht kommenden Methoden scheint demnach die Siebung die beste zu sein. Mit Hinblick auf Untersuchungen von Wig und Pearson<sup>71)</sup> ist es beim Zement möglich, die durch Sieb Nr. 200 fallende Stoffmenge mit einer Unsicherheit von  $\frac{1}{2}$  bis 1 Proz. zu bestimmen, wenn besonders sorgfältig gewebte Siebe benutzt werden, und wenn der Zement trocken und bis zu einem solchen Grad vermahlen ist, daß etwa 80 Proz. imstande sind, das Sieb zu passieren. Die Siebungszeit ist hier so gewählt, daß von einer Probe von 50 g bei fortgesetzter Siebung nicht mehr als 0,05 g per Minute durchfallen. Es ist indessen einleuchtend, daß die Unsicherheit, mit welcher man durch Siebung imstande ist, ein Siebgut in einen durchfallenden und einen zurückgehaltenen Teil zu scheiden, ganz davon abhängig ist, wie sich die Stoffmenge auf die verschiedenen Korngrößen in dem betreffenden Gut verteilt. In Übereinstimmung mit der von mir erwähnten Betrachtungsweise habe ich früher<sup>3)</sup> den Begriff Unsicherheit bei der Siebanalyse so festgelegt, daß diese anstatt auf die Stoffmenge auf die benutzte Maschenweite, subsidiär auf die dementsprechende Korngröße, zurückgeführt wird. Auf diese Weise wird fernerhin allein die Sorgfältigkeit bei der Ausführung der Analyse die ausschlaggebende sein. Erfahrungsgemäß kann die Unsicherheit durch sorgfältig ausgeführte Siebanalyse hiernach auf 2—3 Proz. gesetzt werden. Da, wie früher



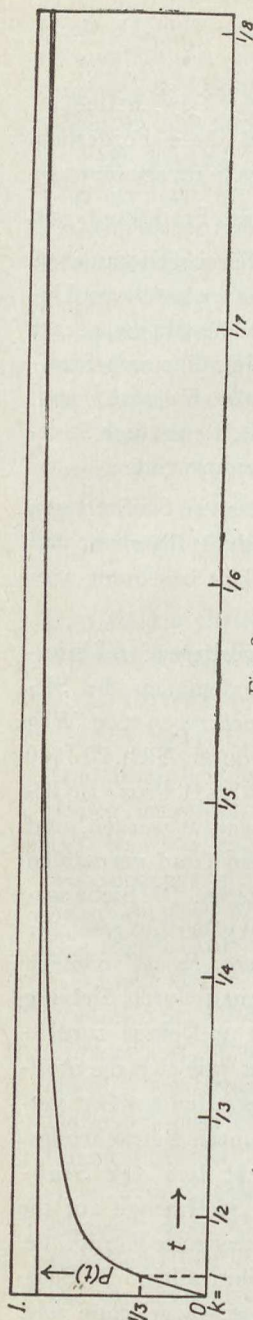


Fig. 3.

erwähnt, die Stoffmenge in der vorliegenden Arbeit überall auf die Korngröße bezogen wird, können die verschiedenen Arten der Unsicherheit formell allein auf diese zurückgeführt werden. Unter dieser Voraussetzung wäre es also wünschenswert, wenn die Unsicherheit bei sämtlichen Korngrößenangaben etwa 3 Proz. nicht überstiege.

Daß die Bestimmung der Charakteristik eines Produkts von der Sedimentationskurve ausgehend hiernach ausgeschlossen ist, geht aus Fig. 3 hervor. Diese stellt die aus Formel 29 berechnete Kurve dar, die, wie man später sehen wird, eine typische Sedimentationskurve für zerkleinerte Produkte ist. Überführen wir hier die Unsicherheit, die entsteht, wenn man, von einer aufgegebenen Korngröße  $k$  ausgehend, mit Hilfe der Sedimentationskurve den dieser entsprechenden Charakteristikwert bestimmt, auf die Unsicherheit, die dadurch entsteht, daß man, ausgehend von jenem Wert, die diesem entsprechende Korngröße bestimmt — was nach Svedberg<sup>64)</sup> geschehen kann dadurch, daß man von dem auf der Ordinatachse des Sedimentationsdiagrammes liegenden, dem Charakteristikwert entsprechenden Punkte die Tangente an die Sedimentationskurve legt und danach, von dem so erhaltenen Berührungspunkte ausgehend, die dessen Abszisse entsprechende Korngröße bestimmt —, so ersieht man, daß diese Abszisse sich für die gröberen Körner wohl mit einer Genauigkeit von etwa 10 Proz. bestimmen läßt, aber für die feineren Körner kaum einmal mit einer Genauigkeit von 100 Proz. Aus Stokes' Gesetz lassen sich die den Abszissen entsprechenden Korngrößen berechnen, wodurch indessen die Unsicherheit dieser nur auf die Hälfte der Abzissenunsicherheit reduziert wird.

Da, wie früher erwähnt, die Maschenweite der angewandten Siebe annähernd nach einer Quotientenreihe mit dem Quotienten 1,5 variiert,

werden die Abweichungen der verschiedenen Körner von der Durchschnittskorngröße in derselben Siebfraction sich auf mindestens 25 Proz. belaufen können. Will man daher hier die Durchschnittskorngröße mit einer Unsicherheit von höchstens 3 Proz. bestimmen, müssen mindestens  $\left(\frac{25}{3}\right)^2$ , d. h. mindestens etwa 100 Körner abgezählt werden. Da die wirklichen Abweichungen von der Durchschnittskorngröße weit größer sind als 25 Proz., zeigt die Erfahrung auch, daß es notwendig ist, weit mehr Körner abzuzählen, z. B. 500.

## 2. Behandlung der Siebresultate.

Als Resultat der Siebanalyse bekommt man eine Reihe von Zahlengrößen, die das Gewicht der entstandenen Fractionen ausdrücken. Auf deren Grundlage ist man imstande, die Kurve aufzuzeichnen, die die als Funktion der Maschenweite  $D$  durchfallende Stoffmenge ausdrückt  $C(D)$ . Ausgehend von der Bestimmung der Durchschnittskorngröße in den Siebfractionen werden wir nun gleichzeitig in der Annahme, die Charakteristik  $C(k)$  aufzuzeichnen, unter der Voraussetzung, daß das Verhältnis zwischen einer Durchschnittskorngröße und der dazugehörigen Siebmasche bekannt ist. Dieses kann auf folgende Weise berechnet werden: Da die Charakteristik  $C(k)$  im Intervall  $k_1 - k_2$ , entsprechend dem Maschenintervall  $D_1 - D_2$ , annäherungsweise als eine gerade Linie betrachtet werden kann, kann die Durchschnittskorngröße der Kornfraction unter diesen Voraussetzungen aus Formel (27) berechnet werden, die auf diese Weise ein Ausdruck für die Durchschnittskorngröße einer Fraction als Funktion der Intervallgrenzen wird. Durch einfache Substitution der Korngröße mit der Maschenweite sind wir weiterhin imstande, die der Durchschnittskorngröße entsprechende Maschenweite als Funktion der den Intervallgrenzen entsprechenden Siebmaschenweiten zu berechnen. Wir erhalten also:

$$D_m = \sqrt[3]{2 \frac{D_1^2 D_2^2}{D_1 + D_2}}. \quad (36)$$

Setzt man nun hier  $D_1 = 1$  und  $D_2 = 1 + \Delta D$  und  $D_m = 1 + q \Delta D$ , wird das so berechnete  $q$  der Bruch sein, mit dem die herausgenommene Kornfraction  $\Delta P$  multipliziert werden soll, um zu der Stoffmenge  $P$ , die das kleinste der Siebe passiert hat, zugelegt, den der aus der Kornfraction gemessenen Durchschnittskorngröße  $k_m$  entsprechenden Wert von  $C(k)$  zu geben, d. h.:

$$C(k_m) = P_1 + q \Delta P,$$

indem die ganze betrachtete Stoffmenge 1 kg ausmacht.



Dieses Verfahren ist in den folgenden Berechnungen angewandt. Setzen wir in (38)  $D_1 = 1$  und  $D_2 = 1,5$ , erhalten wir:  $D_m = 1,22$ , d. h.  $q = 0,44$ . (Analog bekommen wir infolge Formel (23)  $\frac{1}{Z} = 1,23$ . Weiter ist die arithmetische Mittelzahl 1,25.) Zu bemerken ist, daß  $q$  bei der Siebfraction, die von dem größten Sieb zurückgehalten wird, schätzungsweise auf 0,45—0,50 gesetzt ist.

Man hätte auch so vorgehen können, daß man, anstatt  $C(k_m)$ , das dann auf  $k_m$  zurückgeführt wird, zu bestimmen,  $k_1$  bestimmte aus der Gleichung:

$$k_1 = D_1 \frac{k_m}{D_m},$$

und danach  $k_1$  auf  $C(k_1) = P_1$  hinführte. Auf diese Weise werden allerdings die durch Maschenweitemessung erhaltenen und recht unsicheren Zahlen in höherem Grade ins Resultat einbezogen.

### 3. Behandlung der Schlämmeresultate.

Da durch Schlämmung entnommene Fraktionen nicht prinzipiell von Siebfractionen verschieden sind, wird die Berechnung der Charakteristik hier dieselbe bleiben, wobei man anstatt mit Maschenweiten mit Schlämmgeschwindigkeiten in eine solche Potenz erhoben rechnet, daß die Korngröße linear mit der so erhaltenen Zahl wächst. Bei der zwischen den beiden kleinsten Schlämmgeschwindigkeiten entnommenen Fraktion wurde in Übereinstimmung mit Stokes' Gesetz der Potenzexponent  $\frac{1}{2}$  angewandt, während sonst der Exponent  $\frac{7}{11}$  benutzt wurde in Übereinstimmung mit den von Schöne gefundenen Resultaten.<sup>58)</sup> Bei den Fraktionen zwischen feinstem Sieb und größter Schlämmgeschwindigkeit wurde die Konstante  $q$  den Umständen nach schätzungsweise zu 0,42—0,44 gewählt.

### 4. Behandlung der Sedimentationsresultate.

Diese entstehen, wie S. 366 besprochen, durch Herausnahme eines Volumens  $v$  nach Verlauf einer passenden Zeit  $t$  in einer passenden Tiefe  $h$  aus einer Aufschlammung, in welchem darauf die aufgeschlämmte Stoffmenge  $p$  bestimmt wird. Ist die ganze ursprüngliche Stoffmenge gleich  $P$  und das ursprüngliche Volumen der Aufschlammung gleich  $V$ , erhalten wir auf diese Weise:

$$\frac{p}{P} = \frac{v}{V} \int_0^k V(k) dk,$$

wo  $k$  durch (3) bestimmt ist, oder indem  $\frac{Pv}{V}$  gleich der Konstante  $c'$  gesetzt wird:

$$p = c' C(k).$$

Die gesuchte Funktion  $C(k)$  geht also unmittelbar aus den entnommenen Stoffmengen hervor. Wie S. 366 erwähnt, läßt sich die Konstante  $c$  der Stokesschen Formel (3) bestimmen auf Grund der Resultate der Schlammfraktion, die zwischen den beiden niedrigsten Geschwindigkeiten entnommen ist.

Nimmt man mit einem Heber nach Verlauf der Zeit  $t_1$  ein Volumen der Aufschlammung aus einer Tiefe, die größer ist als  $h_1$ , so wird man die Untersuchung ohne weiteres mit dieser fortsetzen können für Korngrößen kleiner als  $\sqrt{\frac{h_1}{ct_1}}$ . Von diesem Umstand wird im folgenden Gebrauch gemacht werden.

### 5. Wahl der Abbildungsweise.

Was endlich die bequemste Abbildungsweise der gewonnenen Resultate angeht, so sind es namentlich zwei Funktionen, die geeignet sind, das erhaltene Bild auszudrücken, nämlich  $C(k)$  und  $V(k)$ . Bei zerkleinerten Produkten, die bisher wesentlich durch Siebung oder Schlammung untersucht wurden, scheint die Charakteristik  $C(k)$  eventuell in einer oder anderer Abänderung vorzuziehen zu sein, während die Verteilungskurve  $V(k)$  oft bei der Abbildung von durch Bestimmung aus der Sedimentationskurve gewonnenen Resultaten benutzt wird. Da die bei den hier benutzten Meßmethoden erhaltenen Resultate am nächsten der Funktion  $C(k)$  stehen, ist auch diese hier vorgezogen. Nickerson<sup>42)</sup>, der im Prinzip auch dieses Verfahren anwendet, bildet die durch Siebanalyse erhaltenen Resultate dadurch ab, daß die von einem Sieb zurückgehaltene Stoffmenge als Funktion der Maschenweite angegeben wird (cumulative percentages by weight plottet against meshes). Auf Grund der besonderen Genauigkeit, mit der die feinsten Stofffraktionen bestimmt sind, ist es jedoch natürlicher, daß man die durchgefallene Stoffmenge als abhängige Variable wählt, indem diese Fraktionen sonst als in gröbere eingehend angegeben werden. Selbst bei dieser Abbildungsweise werden indessen die kleineren Korngrößen keinen so hervortretenden Platz einnehmen, wie ihnen zukommt, weshalb Nickerson anstatt der Maschenweite deren Logarithmus als unabhängige Variable benutzt. Doch auch dieses Verfahren gibt kein erschöpfendes Bild, wohingegen eine gleichzeitige Abbildung des Logarithmus der Stoffmenge, anstatt dieser selbst, wohl dazu imstande



wäre. Hiermit ist indessen die Anschaulichkeit der linearen Abbildungsweise verlassen, und ich habe daher einen Mittelweg gewählt, indem ich die Charakteristik in mehreren Maßstabverhältnissen abgebildet habe, nämlich das niedrigste Zehntel jedesmal auf das Zehnfache vergrößert.

### III. Experimentelle Untersuchungen.

#### A. Einleitende meßtechnische Untersuchungen.

Die hier vorgenommenen Untersuchungen umfassen mit Bezug auf das in Abschnitt II C Erwähnte somit: 1. Ausarbeitung des Verfahrens bei der Bestimmung von Korngrößen, 2. Untersuchungen, betreffend die Dispersionsverhältnisse in Aufschlämungen der zur Untersuchung verwendeten Stoffe, 3. Untersuchungen über die Siebanalyse, 4. Untersuchungen über die Schlämmanalyse, 5. Untersuchungen über die Sedimentationsanalyse.

##### 1. Ausarbeitung des Verfahrens bei der Bestimmung der verschiedenen Korngrößen.

Aus den auf S. 365 hervorgehobenen Gründen war es hier der leitende Gedanke, die Korngrößen zu bestimmen auf Grundlage der Wägung und Abzählung. Dieses Verfahren, das unter Anwendung des Ultramikroskops im Prinzip bis herab zu Korngrößen von  $5\ \mu\mu$  benutzt werden kann, hat früher Schwierigkeiten im Korngrößenintervall  $0,5$ — $0,01$  mm geboten. Diese Schwierigkeiten entstehen dadurch, daß ein Abzählen einer hinreichend großen Anzahl von Körnern, bis diese eine wägbare Menge ergeben, zu beschwerlich ist, wenn deren Größe kleiner als etwa  $0,5$  mm wird, während homogen aufgeschlämmte Körner größer als etwa  $0,01$  mm auf Grund eintretenden Absetzens sich schwierig aliquot in eine Zählkammer überführen lassen.

Zuerst wurde die Möglichkeit untersucht, die Zählkammermethode auszubilden, wobei als Dispersionsmittel eine viskose Lösung (wasserfreies Glycerin) und zylindrische Zählkammern, etwa 25 mm Durchmesser und 15 mm Höhe, mit eingeteiltem Boden benutzt wurden. Es zeigte sich jedoch, daß es selbst unter diesen Verhältnissen nicht möglich war, ein aliquotes Volumen der Aufschlämmung zur Zählkammer überzuführen, ohne daß sich ein Teil der Körner an den Wänden der zur Überführung benutzten Pipette absetzte. Dagegen erwies sich folgendes Verfahren außerordentlich bequem: Die abgewogene Menge der durch Siebung oder Schlämmung erhaltenen Kornfraktion ( $2$ — $0,05$  g je nachdem, wie Größe und spezifisches Gewicht variieren von beziehungsweise  $0,5$  mm bis

0,02 mm und 5—1,5) wurde in eine besondere Schüttelpipette (Fig. 4) (Volumen etwa 550 ccm) eingeführt, in der schon vorher etwa 500 g Glycerin bis zu einer Marke gefüllt worden waren. Nach etwa 3minutigem Hinundherwenden (aufrecht und umgekehrt) der Pipette wurde die so entstandene Aufschlammung in eine mit Hilfe einer mit Stellschrauben versehenen Triangel und Wasserwaage waagerecht gestellte parallelepipedische Zählkammer (Länge und Breite etwa 170 mm, entsprechend einer Bodenfläche von 285 cm<sup>2</sup>, Höhe etwa 20 mm) übergeführt, und es wurde nun, nachdem die Körner sich abgesetzt hatten, ein aliquotes Areal von der Bodenfläche abgezählt. Dieses Areal wurde bei jeder Korngröße von solcher Ausdehnung gewählt, daß 100—200 Körner abgezählt werden konnten. Bei den größten Korngrößen wurde die Auszählung mit unbewaffnetem Auge vorgenommen, während bei den übrigen Korngrößen ein Zeiß-Mikroskop, Modell E. S. A., mit Okular 4 mit Netzmikrometer (Areal 1 cm<sup>2</sup>) und einem passend ausgewählten Objektiv ausgerüstet, angewandt wurde (vgl. nachstehende Tabelle).

Korngröße k etwa μ	Fraktion zwischen	Stoffmenge, beispielsw. Eisenglanz g	Objektiv	Abgezähltes Areal cm <sup>2</sup>
400	Sieb Nr. 36 und Sieb Nr. 50	2,0	keines	4,00
250	„ „ 50 „ „ „ 70	1,5	1—1,5	2,72
170	„ „ 70 „ „ „ 100	0,9	1—1,5	1,35
125	„ „ 100 „ „ „ 140	0,6	3	0,390
100	„ „ 140 „ „ „ 200	0,4	3	0,390
65	„ „ 200 „ Trichter „ 0	0,2	3	0,390
40	Trichter „ 0 „ „ „ 1	0,13	8	0,0570
25	„ „ 1 „ „ „ 2	0,08	8	0,0570
15	„ „ 2 „ „ „ 3	0,05	Winkel 3	0,0202

Die bei den Messungen angewandte Apparatur geht im übrigen aus Fig. 4 hervor.

Wir bemerken, daß die angewandte Stoffmenge so abgepaßt sein muß, daß die Körner mit einer passenden Dichtheit ausgebreitet sind, so daß ein gewisser Bruchteil des beschauten Areals von den betreffenden Körnern gedeckt ist. Hat man diese Stoffmenge für eine gewisse Korngröße gefunden, ist die für eine andere Korngröße von demselben Stoff entsprechende Stoffmenge bestimmt, indem ja diese unter der Voraussetzung, daß man stets dieselbe Zählkammer benutzt, sich direkt wie die Korngröße verhalten muß. Beispielsweise sind die hiernach bei den späteren Untersuchungen für Eisenglanz an-



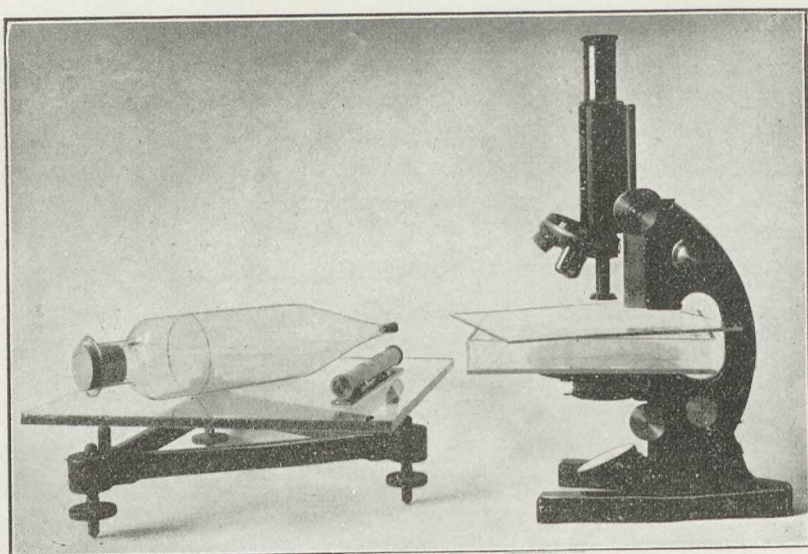


Fig. 4.

gewandten Stoffmengen in die dritte Kolonne der Tabelle eingeführt. Die vom Mikroskop beschaute Fläche war vorher mit Hilfe eines zweiten auf dem Boden der Zählkammer angebrachten Netzmikrometers justiert.

Die von dem in der Schüttelpipette haftenden Glyzerin zurückgehaltenen Körner können mit einer neuen Portion Glyzerin in die Zählkammer übergeführt werden, wobei diese jedoch inzwischen geleert worden ist. Die so gefundene Kornmenge wird darauf zu der zuerst bestimmten addiert. Es zeigte sich jedoch, daß man bezüglich der größten Kornfraktion die in der Pipette zurückgebliebenen Körner mit hinlänglicher Genauigkeit unmittelbar in dieser zählen kann, während man bei den übrigen Kornfraktionen für den zurückgebliebenen Rest mit hinlänglicher Genauigkeit eine Korrektur anbringen kann, indem man durch Wägung bestimmt, einen wie großen Bruchteil der ursprünglichen die anhaftende Glyzerinmenge ausmacht, wonach man zu der durch Zählung in der übergeführten Glyzerinmenge bestimmten Kornmenge eine dem oben erwähnten Bruchteil entsprechende Menge addiert. Die so angebrachte Korrektur beläuft sich auf etwa 1—3 Proz. der Kornanzahl und kann oft ganz weggelassen werden.

Um die Anwendbarkeit der so beschriebenen Methode zu kontrollieren, wurden einige Messungen mit verschiedenen Stoffen vor-

genommen. Einige von diesen, bei denen die Korngröße in einer zwischen den Sieben Nr. 36 und 50 entnommenen Siebfraction von Ziegelstein (Dichte: 1,63) bestimmt wurde, sollen im folgenden angeführt werden. Das Durchschnittskorngewicht in dieser Fraction war vorher bestimmt durch zweimaliges Abzählen und darauffolgendes Wägen von 500 Körnern, erstens zu 0,116 mg, zweitens zu 0,106 mg.

Ab- gewogene Stoff- menge g	10 Abzählungen über ein Areal von 4 cm <sup>2</sup>					Mittel	Kornrest in der Pipette	Durch- schnitts- korngewicht mg
1,0	120	110	125	128	98	123,4	220	0,111
	132	128	121	142	130			
0,7	100	90	84	86	94	89,4	120	0,108
	81	87	88	91	93			
0,4	49	42	52	59	53	48,4	100	0,113
	46	55	40	43	45			

Aus den Zählresultaten geht hervor, daß die Verteilung besonders gleichmäßig ist und daß die in bezug auf die Abweichungen der einzelnen Zählungen berechnete mittlere relative Abweichung von der Mittelzahl der zehn Zählresultate — d. h.

$$\Delta_m = \sqrt{\frac{\sum \Delta^2}{n(n-1)}}$$

wo  $\Delta$  die einzelne relative Abweichung von der Mittelzahl und  $n$  die Anzahl der Abzählungen ist — sich auf beziehungsweise 3,2—1,9 und 4,1 Proz. beläuft. Bei den späteren Anwendungen der Methode zeigte es sich, daß die auf dieselbe Weise berechnete mittlere Abweichung hierbei in der Praxis nur ausnahmsweise für Kornfraktionen zwischen

Sieb	Nr. 36 und Sieb	Nr. 50	4 Proz.
„	„ 50 „ Trichter	„ 1 3	„
Trichter	„ 1 „	„ 2 5	„
„	„ 2 „	„ 3 8	„

überschritt, was dem entspricht, daß die mittleren Abweichungen auf die von den Zählresultaten berechneten Korngrößen auf ein Drittel jener reduziert werden.

Zu bemerken ist, daß es für die Erzielung einer gleichmäßigen Verteilung bezüglich der gröberen Korngrößen notwendig ist, völlig wasserfreies Glyzerin anzuwenden, das eine wesentlich größere Vis-



kosität als die gewöhnliche reine Handelsware hat. Zu den feineren Korngrößen ist indessen diese letztere besonders anwendbar, und zu den allerfeinsten ist es am bequemsten, das Glycerin mit 20—30 Proz. Wasser zu verdünnen. In den beiden feinsten Kornfraktionen zeigten die Körner durchweg die Tendenz, sich mit etwas geringerer Dichtigkeit an die Außenwände der Zählkammer zu legen. Dieser Umstand erklärt die hier auftretenden größeren Abweichungen in den Zählresultaten.

## 2. Untersuchungen, betreffend die Dispersionsverhältnisse in wässriger Lösung bei den angewandten Stoffen.

Wie früher besprochen, werden die Messungen, die die feinsten Korngrößen in den behandelten Produkten betreffen, unter Anwendung von Schlämmung und Sedimentation vorgenommen. Damit solche Messungen Wert bekommen können, ist es indessen notwendig, daß diese Operationen unter solchen Verhältnissen vorgenommen werden, daß die Dispersion vollständig ist. Die hier auf Grund von Arbeiten zahlreicher Forscher herrschenden Anschauungen [vgl. z. B. hiermit Mitteilung von Sekera<sup>60</sup>], betreffend die Dispersionsverhältnisse in Aufschlämmungen der hier in Betracht kommenden Stoffe, gehen bekanntlich darauf aus, daß die vollkommene Dispersion, d. h. Stabilität, durch eine hinlänglich große kapillarelektische Teilchenladung bedingt wird, die man in der Regel durch Zusatz von kleinen Mengen eines passenden Elektrolyten zu der betreffenden Aufschlämmung zu variieren imstande ist. Bei der Wahl solcher Elektrolyte dient als Leitschnur, daß die Teilchenladung besonders beeinflußt wird, wenn der Elektrolyt ein vom Stoffe kräftig adsorbierbares, am besten mehrwertiges Ion abgeben kann; und was die Feststellung angeht, wieweit Stabilität erreicht ist, ist der beste Beweis hierfür, daß ein sogenannter Stabilitätsbereich realisiert werden kann, d. h. daß die Dispersion bei einer passend gewählten Konzentration des angewandten Elektrolyten selbst durch recht bedeutende Konzentrationsänderungen nicht vermindert wird. Die so notwendigen Untersuchungen werden indessen dadurch erleichtert, daß das Aussehen einer Aufschlämmung als Funktion der Zeit [vgl. hiermit Mitteilung von Stutz u. Pfund<sup>63</sup>] außerordentlich stark mit der Teilchengröße in dem hier in Betracht kommenden Größenbereich 10—0,1 $\mu$  variiert, so daß selbst kleine Änderungen in den Dispersionsverhältnissen sich leicht durch direkte Beobachtung zu erkennen geben.

Die Untersuchungen wurden auf die Weise vorgenommen, daß eine passende Menge des zur Schlämmung und Sedimentation bestimm-



ten Produktes, z. B. 0,5 g, in einem Reagenzglas mit einer passenden Menge des angewandten Elektrolyten aufgeschlämmt wurde, der vorher bis zu 25 cm<sup>3</sup> verdünnt worden war. Der Reagenzglasinhalt wurde nun kräftig geschüttelt, zur Sedimentation hingestellt und in den folgenden Tagen beobachtet. Es wurde jedesmal eine Serie von 8—12 Reagenzgläsern mit demselben Elektrolyten in verschiedenen Konzentrationen hingestellt, indem zum ersten Glas z. B. 0,01 cm<sup>3</sup> 0,1 molare Elektrolytlösung zugesetzt war, wonach die zugesetzte Menge für jedes folgende Glas nach der angenäherten Quotientreihe 1, 2, 5, 10 usw. wuchs. Auf Grund der schmalen Form der Reagenzgläser wird der Sedimentationsverlauf durch die Temperaturschwankungen, die in einem gewöhnlichen Arbeitszimmer vorkommen, nicht gestört. Bei den einleitenden Untersuchungen waren die angewandten Stoffe besonders für diesen Zweck hergestellt worden, indem sie in etwa 18 Stunden auf einer 6-Liter-Porzellankugelmühle für Laboratoriumsgebrauch vermahlen worden waren.

Was die Produkte angeht, die durch Zerkleinerung der Stoffe Quarzsand, Feldspat, Flint und Glas hergestellt sind, die nach den allgemeinen Anschauungen alle vollständig in Wasser dispergierbar sind [vgl. z. B. hiermit Untersuchungen von Tuorila<sup>68</sup>], so zeigte es sich, daß keiner der bei den Untersuchungen benutzten Elektrolyten einen höheren Dispersionsgrad zuwege zu bringen vermochte als den, der in reinem Wasser gefunden war, ebenso wie konstatiert wurde, daß 0,1 molare Salzsäure schon in Mengen von bzw. 0,05—0,1—0,2 und 0,2 cm<sup>3</sup> eine beginnende Koagulation hervorrief, wohingegen alkalische Elektrolyten, wie z. B. Natriumhydroxyd, Kaliumkarbonat und normales Kaliumzitrat selbst in recht großen Konzentrationen die Dispersion nicht herabsetzten. So war für 1 molares Kaliumkarbonat zur beginnenden Koagulation ein Zusatz von bzw. 2, 1, 2 und 1 cm<sup>3</sup> notwendig. Was die Produkte aus Ziegelstein und Baryt angeht, so zeigte es sich, daß reines Wasser hier zur Erreichung vollständiger Dispersion unzulänglich war. In beiden Fällen erwies sich normales Kaliumzitrat als besonders gut geeigneter Peptisator, indem bei den Ziegelsteinprodukten schon ein Zusatz von 0,02 cm<sup>3</sup> 0,1 molare Zitratlösung eine vollständige Dispersion bewirkte, die erst zurückgedrängt wurde durch Zusatz von 10 cm<sup>3</sup> dieser Lösung. Bei Baryt erwies sich eine Menge von mindestens 0,1 cm<sup>3</sup> als notwendig, worauf die Stabilität bis hinauf zu einem Zusatz von 10 cm<sup>3</sup> der Zitratlösung beibehalten wurde. Die größte Schwierigkeit bot Eisenglanz, indem hier zu Anfang von den untersuchten Elektrolyten keine anderen besonders wirksamen gefunden wurden als Kalium-



ferrocyanid und Seife. Bei keinem von diesen war es aber möglich, einen deutlichen Stabilitätsbereich zu realisieren, und auch für eine spätere kolorimetrische Analyse schien der wirksamste der beiden, Kaliumferrocyanid, nicht besonders bequem zu sein. Ich kam nun auf den Gedanken, es mit einer alkalischen Arseniklösung zu versuchen, gegenüber welcher [vgl. Untersuchungen von Biltz<sup>9</sup>)] gefälltes Eisenhydroxyd eine ausgeprägte Adsorption aufweist. Diese Lösung zeigte sich denn auch in hohem Grade aktiv, und nach einigen vorläufigen

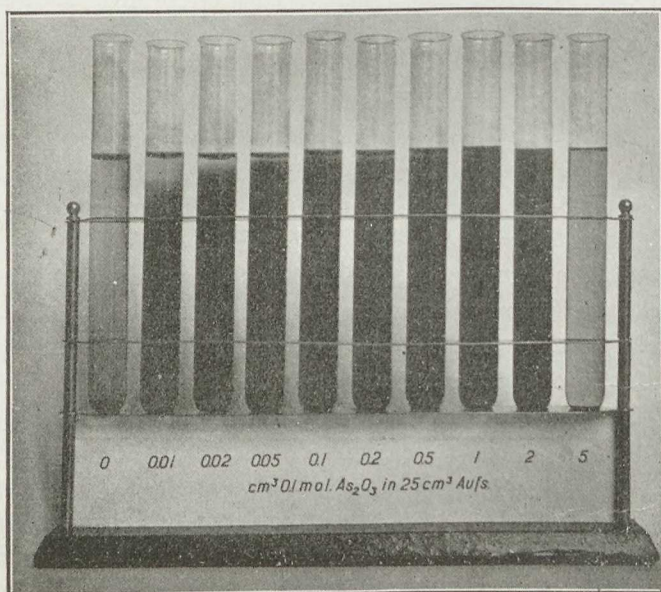


Fig. 5.

Versuchen wurde beschlossen, eine 0,1molare Lösung anzuwenden, die durch Auflösung von 40 g Arsentrìoxyd in einer Lösung von 80 g Natriumbikarbonat in 2 Liter Wasser hergestellt war. Mit dieser glückte es, einen Stabilitätsbereich innerhalb von Zusätzen von 0,05—1 cm<sup>3</sup> Lösung zu realisieren, während die typischen Dispersionsänderungen durch größere und kleinere Elektrolytkonzentrationen deutlich auf beiden Seiten jenes Bereiches beobachtet wurden; vgl. Fig. 5, die das Sedimentationsbild in einer Reagenzglasserie nach zweitägigem Stehen zeigt. (Bereits das zweitletzte Glas zeigte hier eine hellere Farbe als die Gläser im Stabilitätsbereich, eine Tatsache, die die Photographie nicht wiederzugeben vermochte.)

Weiterhin wurde für die verschiedenen Stoffe untersucht, wieweit die Feinheit einen Einfluß auf die Lage des Stabilitätsbereiches hatte. Doch zeigte sich, daß dies im ganzen nicht der Fall war.



### 3. Untersuchungen über die Siebanalyse.

Ich habe früher in einer Untersuchung über Siebung<sup>3)</sup> gezeigt, wie die Siebanalyse bequem durchgeführt werden kann, wenn man bei den feineren Siebnummern eine passende Menge kleiner Nägel dem Siebgut zusetzt, wodurch man instand gesetzt wird, das hier auftretende so unangenehme Verstopfen der Siebmaschen zu bekämpfen. An gleicher Stelle habe ich gezeigt, inwiefern dieser Zusatz von Nägeln keineswegs eine Vermahlung und damit Verfälschung des Analysenresultates hervorruft. Hier waren die angewandten Stoffe Feldspat und Ziegelstein. Es ist indessen an dieser Stelle eine entsprechende Untersuchung mit den hier angewandten Stoffen

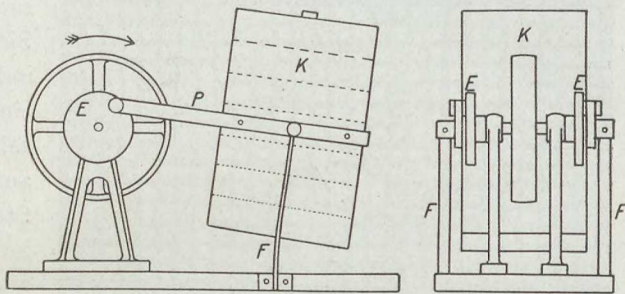


Fig. 6.

vorgenommen worden, indem eine Siebfraction von 85 g, herausgenommen zwischen den Sieben Nr. 70 und Nr. 100, 10 Minuten mit Sieb Nr. 140 gesiebt wurde und dem Siebgut außerdem 30 g der in der zitierten Arbeit erwähnten Nägel zugesetzt waren. Als Siebe wurden hier, ebenso wie bei den folgenden Untersuchungen, die früher benutzten Siebrahmen, angebracht in dem früher beschriebenen mechanischen Schüttelsieb (Fig. 6), angewandt. Es zeigte sich, daß bei allen Stoffen, ausgenommen Baryt, auf diese Weise nur 0,1—0,4 g Stoff durchfielen, der aus relativ groben Körnern bestand. Betreffend Baryt fielen 2,3 g durch, während ohne Zusatz von Nägeln 0,6 g passierten. Da es indessen ohne Anwendung von Nägeln zur Erreichung der für eine sichere Korngrößenbestimmung nötigen Reinsiebung oft notwendig sein wird, daß die Siebzeit auf eine Stunde oder mehr ausgedehnt wird, ist ersichtlich, daß es sehr zweifelhaft ist, ob hier ohne Anwendung von Nägeln sicherere Analysenresultate erzielt werden.

Die Dimensionen der bei den späteren Untersuchungen benutzten Siebrahmen waren: Länge: 22,5 cm, Breite: 17 cm, Höhe: 5 cm, wobei jedoch die Breite bei den drei größten Sieben die doppelte war. Bei Sieben gröber als Nr. 20 einschließlich wurde, wie S. 380 erwähnt, Handsiebung angewandt und bei noch feineren Sieben maschinelle Siebung, wobei zu jedem der Siebe feiner als Nr. 70 bis zu 30 g Nägel zugesetzt waren. Von den angewandten Sieben (Fabrik:



C. S. Schmidt, Drahtwerke A.-G., Niederlahnstein a. Rh.) waren die Nummern 1—50 einschließlich aus kreuzgewebtem Messingdraht hergestellt, die übrigen dagegen aus kreuzgewebtem Bronzedraht; Sieb Nr. 200 jedoch war geköpert gewebt. Mit Rücksicht auf die Möglichkeit, gelegentlich Schlüsse von den Maschenweiten und den durch Wägung und Zählung berechneten Durchschnittskorngrößen auf die Abhängigkeit der Kornform von der Korngröße zu ziehen, wurde beschlossen,

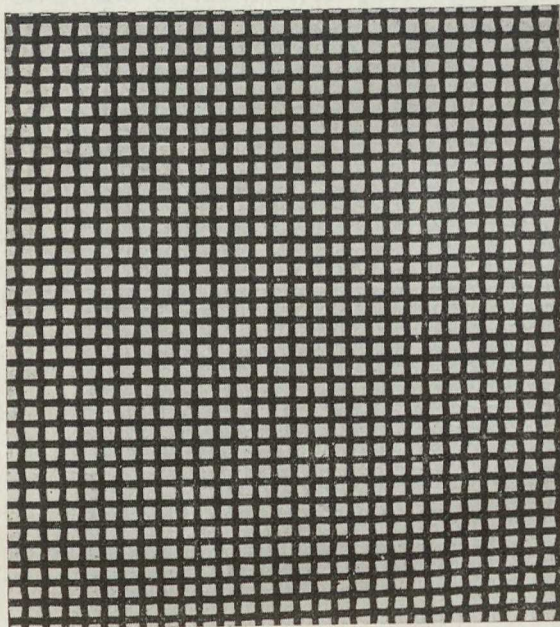


Fig. 7.

eine genaue Ausmessung der gelieferten Siebe vorzunehmen, indem die Länge einer passenden Anzahl von Maschen an verschiedenen Stellen der Siebe in beiden Richtungen ausgemessen wurde, wonach die Maschenweite bestimmt wurde aus der dadurch entstandenen Durchschnittszahl durch Subtraktion der Drahtstärke. Diese wurde mittels eines mit Okularmikrometerschraube versehenen Mikroskops

gemessen. Alle Siebe bis auf Sieb Nr. 200 machten einen recht regelmäßigen Eindruck, vgl. Fig. 7, die eine Mikrophotographie des Gewebes in Sieb Nr. 100 darstellt. Die Meßresultate gehen aus nebenstehender Tabelle hervor, in die gleichzeitig das Verhältnis zwischen zwei aufeinanderfolgenden Maschenweiten eingeführt ist, nebst der S. 387 erwähnten, in Beziehung zu diesem berechneten Größe  $q$ . Endlich sind in der letzten Kolonne die auf Grundlage von  $q$  berechneten mittleren Maschenweiten  $D_m$  aufgeführt.

Die Größe  $q$  wird, wie S. 388 besprochen, benutzt, um, ausgehend von den bei den folgenden Untersuchungen entstandenen Siebfraktionen, den einer gefundenen Durchschnittskorngröße entsprechenden Punkt auf der Charakteristik zu berechnen (über die angewandten Siebzeiten siehe S. 380).



Sieb Nr.	Maschenweite D mm	$\frac{D_2}{D_1}$	q Proz.	$D_m$ mm
1	17,0	—	—	—
2	11,0	1,54	42,5	15,5
3	7,11	1,55	42,5	8,76
5	4,08	1,74	41,0	5,32
7	2,81	1,45	43,5	3,36
10	1,97	1,43	44,0	2,43
15	1,41	1,40	44,5	1,66
20	0,850	1,66	41,5	1,08
36	0,548	1,55	42,5	0,675
50	0,363	1,51	43,0	0,443
70	0,237	1,53	43,0	0,291
100	0,164	1,44	44,0	0,196
140	0,115	1,43	44,0	0,137
200	0,078	1,47	43,5	0,094

#### 4. Untersuchungen über die Schlämmanalyse.

Wie früher erwähnt, war das Ziel bei diesen Untersuchungen, einen Schlämmapparat herzustellen, der imstande war, die durch Sieb Nr. 200 durchfallende Stoffmenge durch Serienschlämmung in eine passende Anzahl zurückgehaltener Fraktionen und einen übergeschlämmten Rest zu scheiden, der direkt bei der folgenden Sedimentationsuntersuchung angewandt werden könnte, ohne daß die von Schönes Apparat bekannten guten Strömungsverhältnisse aufgegeben werden müßten. Zur Sedimentationsuntersuchung war eine Stoffmenge von etwa 50 g erforderlich von einer solchen Feinheit, daß die Fallgeschwindigkeit der größten Teilchen in dieser etwa 4 cm/Min. nicht überstieg. Unter diesen Verhältnissen wird es für Stoffe von gewöhnlichem Steingewicht passend sein, von einer Stoffmenge von 200 g auszugehen, die dann in drei Stufen fraktioniert wird, die so gewählt sind, daß die Durchschnittskorngröße in den zurückgehaltenen Fraktionen annäherungsweise die von den Sieben erhaltene Quotientreihe (Quotient: 1,5) fortsetzt.

In seiner für die Schlämmanalyse grundlegenden Arbeit<sup>58)</sup> bespricht Schöne einige Gesichtspunkte, betreffend die Dimensionierung des Schlämmtrichters, wobei er vor Serienschlämmung warnt. Ich beschloß nun, diese Gesichtspunkte einer Revision zu unterziehen, indem zunächst die Strömungsverhältnisse in einem Schöneschen Trichter einer experimentellen Untersuchung unterworfen wurden.



Ich ging auf die Weise vor, daß der Trichter mit Wasser gefüllt wurde, wonach eine etwa 0,1prozentige Kongorotlösung langsam von unten in den Trichter geleitet wurde, der darauf mit dieser Lösung bis zu dem untersten Rand des zylindrischen Stückes gefüllt wurde. Auf diese Weise entstand eine scharfe Trennungslinie zwischen den beiden Flüssigkeiten, und es wurde dann durch eine Versuchsreihe untersucht, eine wie starke Strömungsgeschwindigkeit erreicht werden konnte, ohne daß die Trennungslinie der Flüssigkeiten zerstört wurde. Die maximal zulässige Geschwindigkeit wurde gefunden zu 8 cm/Min. Darauf wurden ähnliche Versuche mit einem gewöhnlichen zylindrischen



Fig. 8.

Scheidetrichter (Fig. 8) vom selben Durchmesser wie der Schlammtrichter und mit einer Hahndurchbohrung von etwa 3 mm angestellt, und hier zeigte sich, daß sich die höchst zulässige Strömungsgeschwindigkeit nur auf etwa 2 cm/Min. belief. Wurde die Hahntülle durch eine andere mit einer Durchbohrung von etwa 5 mm ersetzt, konnte die Strömungsgeschwindigkeit nur bis zu etwa 3 cm vergrößert werden, wohingegen die Einführung einer geringen Menge loser Bleiwolle in den Boden des Trichters bewirkte, daß die Strömungsgeschwindigkeit nunmehr auf etwa 60 cm/Min. heraufgesetzt werden konnte, ohne daß die Trennungslinie zwischen den beiden Flüssigkeitsschichten zerstört wurde. Der Scheidetrichter erwies sich indessen nicht als zur Schlämmanalyse geeignet, indem die größeren Komponenten in der Stoffprobe sich schnell

ablagerten an den nicht besonders steilen Wänden im unteren Teil des Trichters. Auch ein mit Bleiwolle versehener Schlammtrichter mit einem Scheitelwinkel von etwa  $60^\circ$  erwies sich nicht als hinlänglich steil, indem die größeren Komponenten sich auch hier bei den kleineren Schlammgeschwindigkeiten ablagerten.

Es wurde nun mit Schönes Schlammtrichter eine Fraktionierung von 30 g vermahlenem Feldspat vorgenommen, der Sieb Nr. 200 paßte, wobei die Schlammgeschwindigkeit etwa 14 cm/Min. war, d. h. etwa 75 Proz. größer als die zulässig gefundene. Die Analyse wurde wiederholt, wobei nun in der untersten Hälfte des konischen Teils des Trichters die oben erwähnte Bleiwolle angebracht war. Die beiden Analysenresultate waren indessen ganz übereinstimmend, was dadurch erklärt wird, daß die Remanenz, die bekanntlich im unteren Teil des Trichters in starker Bewegung zu sehen ist, imstande ist, die Strahlwirkung im einströmenden Wasser zu dämpfen, so daß die Strömung im zylindrischen Teil des Trichters bei der angewandten



Geschwindigkeit ganz gleichmäßig wird, wenn bloß eine Stoffprobe in den Trichter eingeführt ist.

Während man, wie oben erwähnt, ohne Schwierigkeit eine scharfe Trennungslinie im Trichter zwischen dem reinen und gefärbten Wasser zuwege bringen konnte, wenn dieses letztere unter das ungefärbte geleitet wurde, war es unmöglich, die Trennungslinie zustande zu bringen, wenn umgekehrt das reine Wasser unter das gefärbte geleitet wurde, indem die durch das höhere spezifische Gewicht der Farblösung entstandene Unstabilität sofort eine Wirbelbildung hervorrief. Wir verstehen jetzt, daß die Bedingung für eine wirbelfreie Strömung in einem Schlammtrichter die ist, daß das spezifische Gewicht der Aufschlammung nach unten wächst, und dieser Umstand hängt damit zusammen, daß es durch Schlammung in einem gewöhnlichen Schöneschen Trichter unmöglich ist, eine zwischen zwei ziemlich dicht beieinander liegenden Geschwindigkeiten entnommene Schlammfraktion in eine feinere und eine gröbere scharf zu trennen, indem unter diesen Verhältnissen starke Wirbel, hervorgerufen von dem im konischen Teil des Trichters entstehenden partikelfreien und daher leichteren Flüssigkeitsvolumen, auftreten, so daß die für die Trennung notwendige gleichmäßige Strömung unterbunden wird. Wirbel dieser Art sind es, die notwendigerweise in allen dem ersten folgenden Trichtern in jedem Serienschlammapparat der von Nöbel<sup>44)</sup> angegebenen Type auftreten müssen, wenn keine besonderen Maßnahmen getroffen werden; ein Umstand, der schuld daran war, daß Schöne die Serienschlammung gänzlich verließ und zur Stufenschlammung überging.

Auf Grund der hier vorgenommenen Untersuchungen ist es indessen geglückt, einen einwandfrei arbeitenden Serienschlammapparat herzustellen, indem man bei dessen Dimensionierung mit Bezug auf die gewonnenen Erfahrungen folgende Rücksichten nahm: 1. Der konische Teil des Schlammtrichters wurde so steil gewählt, daß keine Substanz sich bei den angewandten Schlammgeschwindigkeiten in ihm absetzte; 2. Das in einem folgenden Schlammtrichter für herabsinkende Aufschlammung theoretisch freie Volumen, d. h. der Teil des Trichters, der kleiner im Durchmesser ist als das zylindrische Stück in dem vorhergehenden Trichter, ist auf das Kleinstmögliche eingeschränkt und mit loser Bleiwohle gefüllt. Es ist ferner zu bemerken, daß der zylindrische Teil eines Schlammtrichters mit Hinsicht auf eine der gewählten Schlammgeschwindigkeit entsprechenden Reinschlammung mit der kleinstmöglichen Wassermenge so kurz wie möglich sein soll, da im entgegengesetzten Fall alle Teilchen, die so langsam fallen,



daß sie in diesem Raum von der Wasserströmung mitgerissen werden, aber anderseits so schnell, daß sie nach beendeter Schlämmung noch nicht über den oberen Rand des zylindrischen Teils emporgehoben sind, somit nicht übergeschlämmt werden.

Aus dem gleichen Grunde muß hier bei der Schlammgeschwindigkeitsangabe bei Trichtern mit langem zylindrischen Teil, besonders wenn die Wassermenge klein war, nicht mit der Strömungsgeschwindigkeit des Wassers gerechnet werden, sondern mit einer Geschwindigkeit, die bestimmt ist durch: die Länge der Wassersäule, die den unteren Querschnitt des zylindrischen Teils des Trichters passiert hat, minus der Länge dieses zylindrischen Teils; diese Differenz dividiert durch die Zeit, die die Schlämmung gedauert hat. Auf diese Verhältnisse wird bei schlamm-analytischen Berechnungen kaum immer die nötige Rücksicht genommen. 3. Endlich sind für jeden Schlammtrichter solche Volumina gewählt, daß das Verhältnis zwischen der Stoffmenge und dem effektiven Trichtervolumen nicht größer ist als 100 g pro Liter. Bei wesentlich größeren Stoffkonzentrationen muß nämlich bei Berechnungen über Teilchengrößen als Funktion von Schlammgeschwindigkeiten eine Korrektur eingeführt werden, da hier dem höheren spezifischen Gewicht der Aufschlammung zufolge ein größerer Auftrieb auf die Teilchen wirkt. Diesem Umstand kann man jedoch entgegentreten, indem

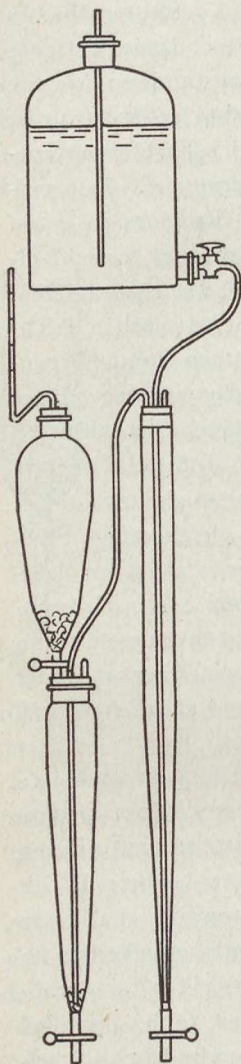


Fig. 9.

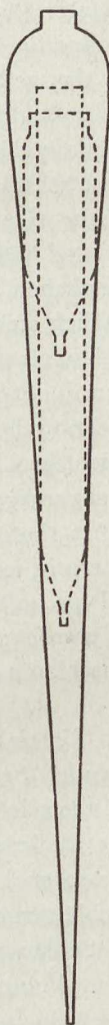


Fig. 10.

man die Schlammanalyse mit einer etwas geringeren Geschwindigkeit als die festgesetzte einleitet.

Der aus den obenstehenden Betrachtungen hervorgegangene Serienschlammapparat ist in Fig. 9 dargestellt, während die relativen Dimensionen der Trichter in Fig. 10 angegeben sind. Mit Bezug auf



diese ist das Volumen der Trichter in allen drei Fällen etwa 1,5 l, entsprechend der Möglichkeit, Stoffmengen von etwa 200 g zu schlämmen, und das Verhältnis zwischen den so bestimmten Geschwindigkeiten wird, wie die späteren Resultate zeigen, bei einem Wasserverbrauch von 0,25 l/Min. bewirken, daß die Durchschnittskorngrößen der Remanenzen sich ungefähr wie 1 : 1,5 verhalten. Wie man sieht (Fig. 10), können die Trichter als ein großer in drei Teile geteilter Schönescher Schlammtrichter aufgefaßt werden.

Da man, was die Schlammremanenzen angeht, Bestimmungen der Korngrößen in diesen vornimmt, ist die Messung der Schlammgeschwindigkeiten nebst der Menge des durchströmenden Wassers hier von untergeordneter Bedeutung. Damit die Bestimmungen so sicher wie möglich vorgenommen werden können, ist es jedoch in der Praxis wichtig, daß die Schlammremanenzen reingeschlämmt vorliegen.

Die zu den Untersuchungen besonders hergestellten Schlammtrichter wurden einer Ausmessung unterworfen, und die dabei erhaltenen Zahlen sind in der untenstehenden Tabelle angegeben. Mit Bezug auf das S. 388 Angegebene ist, wie bei den Sieben, eine Zahlengröße  $q$  angegeben, mit deren Hilfe es möglich ist, den in einer Schlammfraktion bestimmten Durchschnittskorngröße entsprechenden Wert  $C(k)$  zu berechnen. Bei allen Schlammungen beschloß man, eine Strömungsgeschwindigkeit von 0,25 l pro Minute anzuwenden.

Trichter Nr.	Nutzbares Querschnittareal cm <sup>2</sup>	Durchgeleitete Wassermenge Liter	Korrigierte Schlammgeschwindigkeit cm/Min.	$q$ Proz.
1	14,0	11,5	16,4	—
2	30,7	10,1	7,6	41,5
3	86,0	8,5	2,8	42

Mit Bezug auf das S. 389 Angegebene erhält man die Quadratwurzel der aus den Schlammgeschwindigkeiten im Trichter Nr. 2 und Nr. 3 berechneten Durchschnittsgeschwindigkeit zu:

$$\sqrt{2,8} + (\sqrt{7,6} - \sqrt{2,8}) 0,42, \text{ d. h. } 2,13.$$

Es zeigte sich, daß Bleiwolfe von der Schlammflüssigkeit recht stark angegriffen wurde, und auch, daß jene in dieser eine koagulierende Wirkung auf einzelne der angewandten Stoffe (Quarz, Feldspat) ausübte. Deshalb wurde dafür flachgewalzter Silberdraht von einer ursprünglichen Stärke von 0,25 mm benutzt. (In Trichter Nr. 3 eine Menge von etwa 3,5 g.)



Mit dem so konstruierten Schlämmapparat machte es keine besonderen Schwierigkeiten, die bei Untersuchung desselben Produkts durch Wiederholung der Messung vorkommenden Abweichungen im Gewicht der entstandenen Fraktionen innerhalb etwa 4 Proz. zu halten, wenn destilliertes Wasser (eventuell ein passender Peptisator zugesetzt) benutzt wurde und die Temperatur jedesmal annähernd die gleiche war. Es zeigte sich, daß mit der angewandten Wassermenge (8,5 l) reingeschlammte Fraktionen entstanden, ebenso wie beim Beginn der Schlämmanalyse beobachtet werden konnte, wie die Trennungslinie zwischen der eingefüllten Aufschlammung und der von vornherein in den Trichtern Nr. 2 und 3 vorhandenen Wassermenge sich vollständig scharf und waagrecht hielt, so daß die Aufsammlung der übergeschlammten feinsten Bestandteile auf die Sekunde abgepaßt werden konnte. Es schien bei der Anwendung des Apparates, daß das Vorhandensein der wirbeldämpfenden Drahtmenge nicht absolut erforderlich war, indem die Schlammresultate bei deren Entfernung im ganzen nicht wesentlich verändert wurden. Es ist also möglich, die bei der Serienschlammung vorkommende Wirbelbildung allein dadurch zu bekämpfen, daß man den Schlammtrichtern eine zweckmäßige Form gibt. Wie aus Fig. 9 hervorgeht, konnten die zurückgehaltenen Fraktionen nach dem Aufhören der Schlammung unten aus den Trichtern gezapft werden. Bei den besonders schweren Stoffen Baryt und Eisenglanz wurde die zwischen dem feinsten Sieb und dem engsten Schlammtrichter herausgenommene Fraktion unverhältnismäßig groß. Diese wurde daher durch eine darauffolgende Schlammung in zwei Fraktionen zerlegt. Es wurde hier ein mit etwas Silberdraht versehener gewöhnlicher Schönescher Schlammtrichter (Trichter Nr. 0) benutzt. Die angewandte Schlammgeschwindigkeit war hier 45 cm/Min.

##### 5. Untersuchungen über die Sedimentationsanalyse.

Wie S. 386 erwähnt, ist bei zerkleinerten Produkten die Sedimentationskurve nicht besonders gut geeignet zur Bestimmung der Stoffverteilung auf die verschiedenen Korngrößen, weshalb hier eine besondere Arbeitsweise ausgearbeitet wurde, mittels welcher die in einer gewissen Tiefe in der Aufschlammung vorhandene Stoffkonzentration als Funktion der Zeit bestimmt wird. Die Einrichtung des benutzten Apparates geht aus Fig. 11 hervor. In einem Behälter mit mit Kieselgur isolierten Wänden ist ein mit einer 1 cm dicken Filzlage bekleidetes Zylinderglas aufgestellt mit den inneren Dimensionen: Durchmesser: 14,5 cm, Höhe: 58 cm. Das Zylinderglas ist mit einem Holzdeckel



versehen, in dem eine besondere Pipette angebracht ist, die in einem etwa 5 mm tiefen Einschliff im Boden des Zylinderglases aufsitzt. Die Pipette besteht aus einem schweren, 4 mm weiten Steigrohr, das am unteren Ende mit einer Gummihaube verschlossen ist, während etwa 5 cm vom Rohrende in der Rohrwand zwei gegenüberstehende, etwa 1 mm große Löcher sich vorfinden. Zwischen dem 120 cm<sup>3</sup> großen Pipettenbehälter und dem Steigrohr ist ein Zweiweghahn angebracht, der es gestattet, teils das Steigrohr zu schließen, teils dieses in Verbindung mit dem Behälter zu setzen, und teils dieses durch ein Auslaufrohr zu entleeren.

Der Hergang bei den Sedimentationsmessungen ist so, daß die bei der Schlämmanalyse entstandene, aus den feinsten Bestandteilen bestehende Aufschlammung (8,5 l), die während der Schlämmanalyse in einem Zylinderglas von denselben Dimensionen wie die Sedimentationswanne aufgesammelt wurde, in diese überführt, und mit Hilfe eines Gummipinsels mit einem etwa 80 cm langen, hohlen Schaft, durch den man Luft blasen kann, in homogene Aufschlammung gebracht wird. Zur Spülung des Zylinderglases geht  $\frac{1}{2}$  l Wasser mit, wodurch das Volumen der angewandten Aufschlammung im ganzen 9 l wird. Unmittelbar darauf wird die Pipette in der Wanne angebracht, worauf der äußere Behälter mit Filz und einem zweiteiligen Deckel geschlossen wird. Zu passenden Zeitpunkten wird nun langsam (im Laufe von etwa 1 Minute) eine Pipette voll der Aufschlammung aufgesogen, wobei jedoch die im Steigrohr stehende Flüssigkeitssäule unmittelbar vorher durch Aufsaugung eines passenden Volumens Flüssigkeit (bis zu einer auf dem weiten Teil der Pipette angegebenen Marke), das fortgegossen wird, entfernt wird.

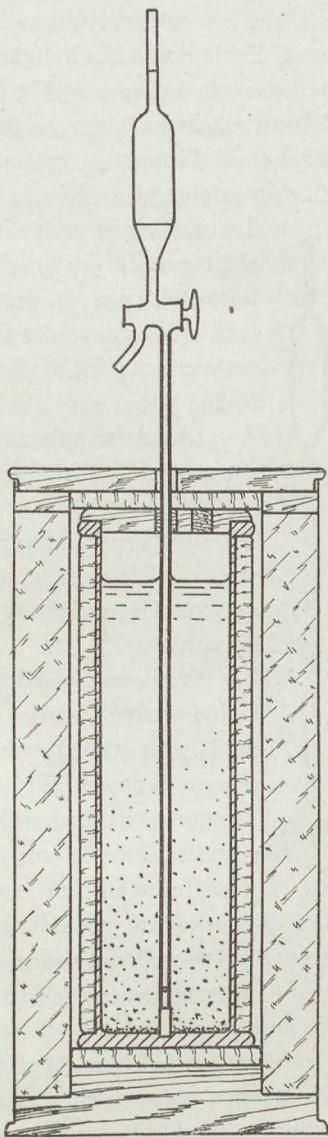
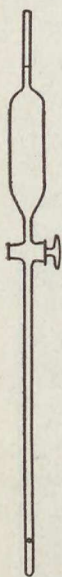


Fig. 11.



Der Pipetteninhalt wird nun in einer Platinschale eingedampft und der Rückstand gewogen. Bei den späteren Untersuchungen wurden Proben zu solchen Zeiten herausgenommen, daß die bei den Sieben und Schlämmsgeschwindigkeiten festgelegte annähernde Quotientenreihe auch bei dieser Untersuchung fortgesetzt wurde (vgl. S. 399). Unmittelbar nach der letzten Probeentnahme wurden weiterhin zwei Proben in Tiefen von bzw. 10 und 20,7 cm unter der Flüssigkeitsoberfläche aufgesogen. Hierzu wurde die in Fig. 12 dargestellte Pipette benutzt, die durch ein besonderes Loch im Wannendeckel vorsichtig in die gewünschte Tiefe herabgeführt wurde. Diese konnte unmittelbar nach der Probeentnahme am Stiel der Pipette kontrolliert werden, der zu diesem Zweck mattiert war. (Über die rechnerische Behandlung der so entstandenen Resultate siehe S. 388.)



Die Anwendbarkeit der hier beschriebenen Methode ist namentlich bedingt durch die Möglichkeit, Störungen im Sedimentationsverlauf entgehen zu können, die entweder durch Temperaturveränderungen oder Probeentnahmen hervorgerufen werden. Die meßtechnische Genauigkeit geht indessen aus folgenden zur Untersuchung dieser Verhältnisse angestellten Versuchen hervor.

In einem Zylinderglas von derselben Weite wie die Sedimentationswanne wurde, wie bei den Untersuchungen über die Schlämmanalyse beschrieben, eine scharfe Trennungslinie zwischen reinem Wasser und einer vorsichtig unter dieses eingeführten Kongorotlösung zuwege gebracht. Wurde nun die in Fig. 12 dargestellte Pipette vorsichtig in die Flüssigkeit gebracht, so daß die Seitenöffnungen sich etwa 1 cm über oder unter der Trennungslinie befanden, konnte man ohne Schwierigkeit durch vorsichtiges Saugen eine Pipette voll entweder der ungefärbten oder der gefärbten Flüssigkeit herausnehmen, ohne daß Strömungen entstanden, die die Trennungslinie störten.

Der beschriebene Apparat wurde darauf durch eine Reihe von Messungen untersucht, bei denen als Stoff ein Produkt angewandt wurde, das durch Schlämmung eines in einer Kugelmühle mit Flintfüllung vermahlenen Feldspats entstanden war. Bei jeder Messung wurden 50 g Substanz angewandt, die in  $\frac{1}{2}$  l Wasser ausgerührt wurden, worauf die so entstandene Aufschlämmung  $\frac{1}{4}$  Stunde geschüttelt wurde. Die Aufschlämmung wurde dann in der Sedimentationswanne verteilt, in die vorher  $7\frac{1}{2}$  l der Temperatur des Lokales ( $18^{\circ}\text{C}$ ) angepaßtes destil-



liertes Wasser gefüllt war. Während der folgenden Messungen wurden die Temperaturveränderungen des Lokales kontrolliert. Es zeigte sich, daß diese sich im Laufe eines Tages gleichmäßig im Bereich  $18 \pm 2\frac{1}{2}^{\circ}\text{C}$  bewegten.

Es wurden nun mit dem oben erwähnten Produkt im ganzen zehn unter gleichen Bedingungen verlaufende Sedimentationen ausgeführt, wobei jedoch nur bei der ersten und letzten Probe zu jeder der in untenstehender Tabelle angegebenen Zeiten entnommen wurden, wohingegen bei den übrigen Versuchen nur eine einzelne Probe zu der in der Tabelle angegebenen Zeit entnommen wurde. Bei diesen dazwischenliegenden Versuchen war jedoch unmittelbar nach Einleitung der Sedimentation eine so große Menge der Aufschlammung herausgenommen, daß die Flüssigkeitshöhe in der Wanne bei der Probeentnahme dieselbe war, wie bei der Entnahme der entsprechenden Probe im ersten und letzten Versuch. Die so entnommenen Proben wurden eingedampft und gewogen (vgl. untenstehende Tabelle), wo das Gewicht in Milligramm angegeben ist.

Zeit h	Versuch Nr.									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\frac{1}{4}$	671	662	—	—	—	—	—	—	—	667
$\frac{1}{2}$	622	—	637	—	—	—	—	—	—	625
1	536	—	—	530	—	—	—	—	—	518
2	434	—	—	—	425	—	—	—	—	414
4	321	—	—	—	—	310	—	—	—	312
8	226	—	—	—	—	—	220	—	—	208
16	140	—	—	—	—	—	—	135	—	132
32	81	—	—	—	—	—	—	—	74	76
64	32	31	—	—	—	—	—	—	—	31
64*)	13	—	11	—	—	—	—	—	—	12

Aus der Tabelle geht unmittelbar hervor, daß die Probeentnahme die Sedimentation nicht störte, und wie man sieht, belaufen sich die bei den ausgeführten Meßresultaten gefundenen Abweichungen in der Regel nur bis zu 5 Proz., was ganz mit den Resultaten der späteren Untersuchungen übereinstimmt. Nur bei den zu allerletzt entnommenen Proben sind größere Abweichungen gefunden worden, die sich jedoch in der Regel nicht auf über 10 Proz. belaufen. Mit Rücksicht auf die Effektivität der Wärmeisolation soll angeführt werden, daß die Temperatur in der Sedimentationsflüssigkeit bei einem Temperaturunterschied von  $5^{\circ}\text{C}$  etwa  $2,5^{\circ}\text{C}$  im Laufe von 15 Stunden fiel.

\*) Die Probe ist entnommen mit der losen Pipette in einer Tiefe von 20 cm.



Die bei den späteren Untersuchungen festgelegten Probeentnahmezeiten nebst den dazu entsprechenden Tiefen gehen aus untenstehender Tabelle hervor. Damit man die bei einer Sedimentationsuntersuchung angewandte Stoffmenge bestimmen konnte, wurde weiterhin eine Probe entnommen, bevor sich die größte Korngröße abgesetzt hatte. Diese Probe ist im folgenden mit Nr. 0 bezeichnet.

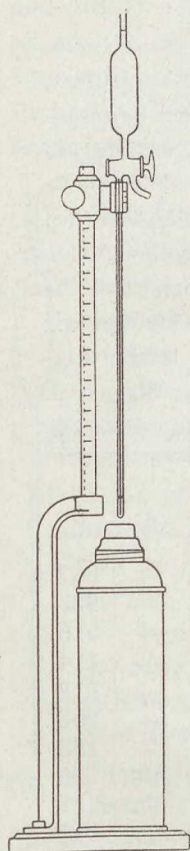


Fig. 13.

Probe Nr.	Zeitpunkt (t)	Tiefe (h) cm	$\sqrt{\frac{h}{t}}$
1	0 h 30'	48	1,265
2	1 „ 5'	47,1	0,850
3	2 „ 20'	46,2	0,575
4	5 „ 0'	45,3	0,388
5	11 „ 0'	44,4	0,259
6	23 „ 0'	43,5	0,177
7	47 „ 0'	42,6	0,123
8	47 „ 0'	20,7	0,086
9	47 „ 0'	10,0	0,059

Die durch nasse Vermahlung auf der Kugelmühle entstandenen Produkte wurden bis herab zu noch kleineren Korngrößen untersucht, wobei der in Fig. 13 dargestellte Apparat angewandt wurde. Die Arbeitsweise war die, daß unmittelbar nach dem Abschluß der gewöhnlichen Sedimentationsuntersuchung mit der in der Sedimentationswanne angebrachten Pipette durch Heberwirkung ein paar Liter der angewandten Aufschlämmung herausgenommen wurden, die dann auf zwei bis drei Thermosflaschen von den inneren Dimensionen: Höhe 22 cm, Durchmesser 7 cm verteilt wurden. Diese wurden nun zur Sedimentation hingestellt, teils 5, teils 10 Tage, wonach mit der in Fig. 13 dargestellten, der Höhe nach verschiebbaren Pipette (Volumen 60 cm<sup>3</sup>) eine Probe in den in der untenstehenden Tabelle angegebenen Tiefen entnommen wurde.

Flasche Nr.	Zeitpunkt (t) Tage	Tiefe (h) cm	$\sqrt{\frac{h}{t}}$
1	5	14,5	0,045
1	5	6,5	0,030
2	10	13,0	0,030
2	10	6,0	0,020

Die Anwendbarkeit der obigen Methode geht daraus hervor, daß die Resultate von unter denselben Bedingungen vorgenommenen Messungen nur ausnahmsweise mehr als 10 Proz. voneinander abwichen. Was die Wärmeisolation der Flaschen angeht, mag angeführt sein, daß der Temperaturfall in der eingefüllten Flüssigkeit in 20 Stunden bei einem Temperaturunterschied von  $40^{\circ}$  sich auf  $20^{\circ}$  belief.

## B. Beschreibung der zur Untersuchung angewandten Stoffe.

1. Feldspat (Bezeichnung Fs). Es wurde der graue, südnorwegische Feldspat „Mikroklin“ angewandt, der in großen Spaltstücken frei von jeder Einsprengung von Unreinheiten vorlag. Spezifisches Gewicht  $\rho = 2,57$ , Härte  $H = 6$  (siehe Fig. 14).

2. Flint (Fl). Es wurde kalzinierter, dänischer, schwarzer Kugelflint (Fundstelle: Ströby, Möen) angewandt, der in handgroßen Knollen von gleichmäßig weißem Aussehen vorlag.  $\rho = 2,40$ ,  $H = 7$  (siehe Fig. 14).

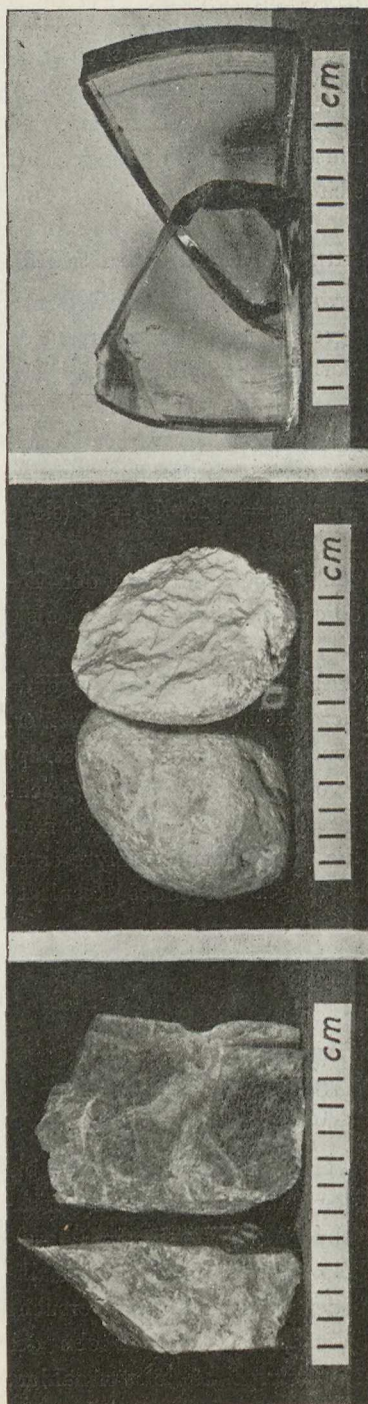
3. Glas (Gl). Es wurden „Bullaugen“ angewandt von den Dimensionen: Dicke: 3 cm, Durchmesser: 30 cm,  $\rho = 2,53$ ,  $H = 5\frac{1}{2}$  bis 6 (siehe Fig. 14).

4. Ziegelsteine (Z). Diese waren speziell für die darauffolgende zerkleinerungstechnische Untersuchung hergestellt, wobei ein reiner, ziemlich sandfreier, magerer Ton benutzt wurde (Tongrube: Knabstrup, Ziegelei bei Holbæk). Die Steine, die von außerordentlich gleichmäßigem Aussehen waren, hatten die Dimensionen  $54 \cdot 109 \cdot 225$  mm.  $\rho = 1,63$ ,  $H =$  etwa 3 (siehe Fig. 14). Eine mechanische Analyse einer Durchschnittsprobe der angewandten Tonart gab folgendes Resultat:

Absetzungs- Geschwindigkeit cm/Min.	C (h/t) Proz.
5,0	90
1,0	81
0,2	67

5. Baryt (Ba). Es wurden ausgesuchte, handgroße, weiße bis hellgraue, durchscheinende Bruchstücke von grobkristallinischer Struktur angewandt (Bruchstelle: „Rammelsberg“ bei Goslar im Harz).  $\rho =$  etwa 4,2,  $H = 3,5$  (siehe Fig. 14). Eine Untersuchung des Kalkgehaltes ergab 0,4 Proz. CaO. Es wurden Sedimentationsversuche im Reagenzglase angestellt (vgl. S. 395), teils mit einer Probe des betreffenden Baryts auf der Laboratoriumskugelmühle vermahlen,

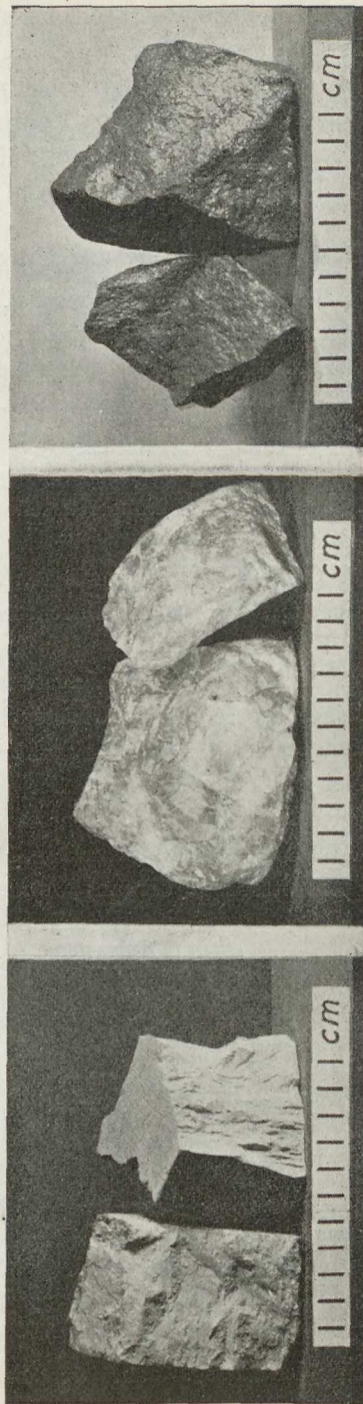




Feldspat.

Kalzin. Flint,

Glas.



Ziegelsteine.

Baryt.  
Fig. 14.

Eisenglanz.



teils mit einem unter den gleichen Bedingungen vermahlenen gefällten Bariumsulfat und teils mit einer Mischung dieser beiden Stoffe. Als Flüssigkeit wurde destilliertes Wasser benutzt, dem eine passende Menge Kaliumzitrat zugesetzt war. Es zeigte sich, daß die Sedimentation in allen drei Gläsern einen gleichartigen Verlauf nahm, was darauf hindeutet, daß mögliche Unreinheiten im Mineral keine Koagulation hervorrufen.

6. Eisenglanz (Ei). Es wurden handgroße, kompakte Bruchstücke von feinkörniger Struktur und anscheinend frei von Einsprengungen angewandt (Grube: „Neue Haardt“ in Weidenau bei Siegen, Westfalen).  $q = 4,9$ ,  $H = 6$  (siehe Fig. 14). Mit Rücksicht auf die spätere kolorimetrische Untersuchung wurde das Mineral analysiert. Das Resultat war folgendes:  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ : 94 Proz.; in Salzsäure unlöslicher Rest: 3,9 Proz.

7. Quarzsand (Qs). Es wurde der aus klaren Quarzkörnern von gleichartiger Größe bestehende deutsche Normalsand angewandt (Grube: Freienwalde a. d. Oder).  $q = 2,64$ ,  $H = 7$ . Durchschnittskorngröße 0,7 mm.

Als Ausgangsmaterial wurden bei den verschiedenen Zerkleinerungsversuchen folgende Formen angewandt: für den Backenbrecher handgroße Stücke; für das Walzwerk Fraktionen der mit dem Backenbrecher zerkleinerten Produkte, entnommen zwischen den Sieben Nr. 1 und 2, und für die „Simplex-Perplex“-Mühle Fraktionen derselben Produkte, entnommen zwischen den Sieben Nr. 2 und 5. Für die Kugelmühle wurden bei trockener Vermahlung Fraktionen, entnommen zwischen den Sieben Nr. 15 und 20, und bei nasser Vermahlung Fraktionen, entnommen zwischen den Sieben Nr. 20 und 80, der durch Zerkleinerung auf den vorerwähnten Maschinen entstandenen Produkte benutzt. Die Stoffe wurden in der Ordnung Qs, Fs, Fl, Gl, Z, Ba und Ei zerkleinert, da es durch Versuche erwiesen war, daß eine mögliche Unreinheit von einem zu einem vorhergehenden Zerkleinerungsversuch benutzten Stoff unter diesen Umständen bei den nachfolgenden Untersuchungen nicht störend wirkte.

### C. Beschreibung der bei den Untersuchungen benutzten Zerkleinerungsmaschinen und der mit diesen vorgenommenen Versuche.

1. Der Backenbrecher. Die hier benutzte Type war der von der Alpine Maschinenfabrik Gesellschaft, Augsburg, hergestellte „Bulldogg-Steinbrecher“ (siehe Fig. 15). Spaltbreite: 150 mm,



Spaltweite eingestellt auf 18 mm, Umdrehungszahl: 300/Min. Bei jedem Stoff wurden zwei Portionen von etwa 20 l zerkleinert, wobei diese mit

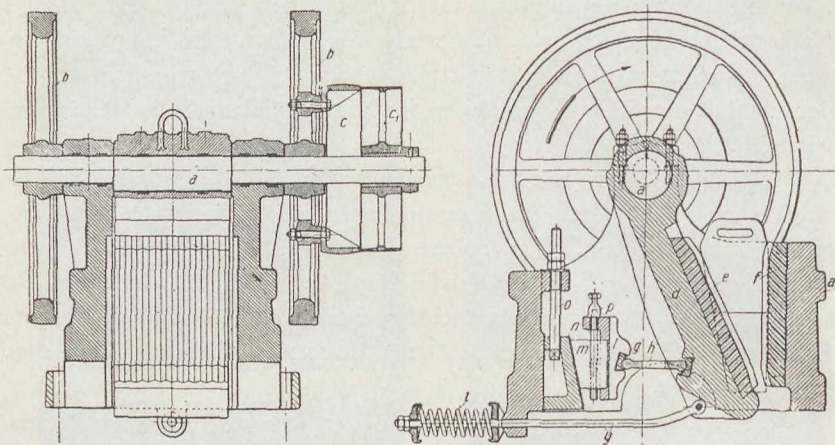


Fig. 15. (Naske: Zerkleinerungsvorrichtungen.)

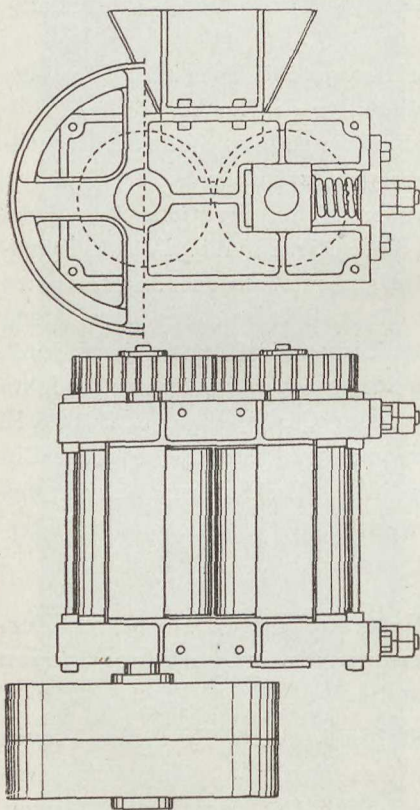


Fig. 16.

den größeren Sieben jede für sich gesiebt wurden. Die für jede Portion notwendige Zeit belief sich auf 6—10 Minuten. Nur mit dem Eisenglanz hatte der Backenbrecher Schwierigkeiten, indem hier etwa  $\frac{1}{2}$  Stunde pro Portion verging. Zugleich war es hier oftmals notwendig, den Backenbrecher mit bereits vorzerkleinertem Material zu beschicken.

2. Das Walzwerk. Es wurde das in Fig. 16 dargestellte benutzt (Herkunft unbekannt). Als notwendig erwies sich, die ursprünglich glatten Walzen mit einer schwachen (etwa 0,4 mm tiefen) Riffelung zu versehen. Die Dimensionen der Walzen waren: Durchmesser: 200 mm, Breite: 220 mm. Die Spaltweite wurde auf 6 mm eingestellt, damit das aufgebene Probematerial ohne

Schwierigkeit angenommen wurde. Dieses wurde so gleichmäßig wie möglich mittels einer kleinen Handschaufel zugeführt. Die Umdrehungszahl war 210/Min., was ganz gut mit der von Argall angegebenen Formel<sup>41)</sup> übereinstimmt. Die auf den Achsen der Walzen angebrachten Zahnräder waren gleich groß, so daß die Wirkung annähernd eine rein drückende war.

3. Die Schlagmühle. Die hier benutzte Type war die von der Alpine Maschinenfabrik Gesellschaft, Augsburg, hergestellte „Simplex-Perplex“-Mühle (siehe Fig. 17). Mahlscheibendurchmesser:

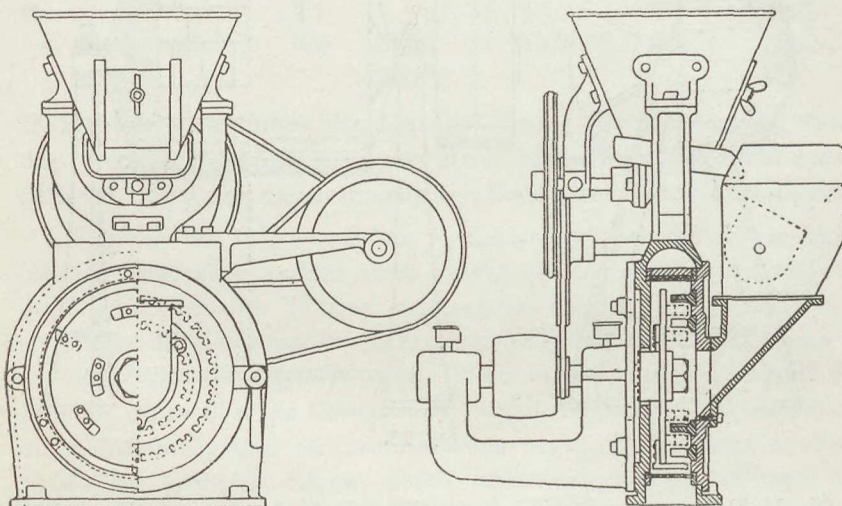


Fig. 17.

200 mm, Lochdurchmesser der eingesetzten Siebe: 1,6 mm, Umdrehungszahl war 2500/Min. Die Mühle wurde getrieben von einem 1,5-PS-Elektromotor (220 V) und der Stromverbrauch von einem Ampere-meter kontrolliert. Dieser war bei Leerlauf 2,5 Amp., und unter den Mahlversuchen wurde die Zuführungsgeschwindigkeit des Materials so eingestellt, daß der Stromverbrauch auf 5–5½ Amp. stieg. Mit jedem Stoff wurde nur ein Mahlversuch ausgeführt, und die angewandte Menge betrug jedesmal etwa 8 l. Die Mahlzeit betrug auf diese Weise für Baryt etwa 3 Minuten, für die Stoffe Feldspat, Flint, Glas und Ziegel 5–6 Minuten und für Eisenglanz etwa 20 Minuten. Das bei der Vermahlung entstehende Produkt wurde in einem Sack aus glattem Segeltuch gesammelt, der um die Ausgangsöffnung der Mühle festgebunden war. Auf diese Weise glückte es beinahe vollständig, das Stauben zu vermeiden, da der Sack gleichzeitig als Staubfilter wirkte.



4. Die Kugelmühle. Diese war eine von der Firma F. L. Smidth & Co., Kopenhagen hergestellte, flintgefütterte Emaillemühle (siehe Fig. 18). Die inneren Dimensionen waren: Durchmesser 38 cm, Länge 38 cm. Bei trockener Vermahlung bestand die Füllung aus 50 kg Stahlkugeln, 20 mm im Durchmesser, und die Umdrehungszahl war 52/Min.

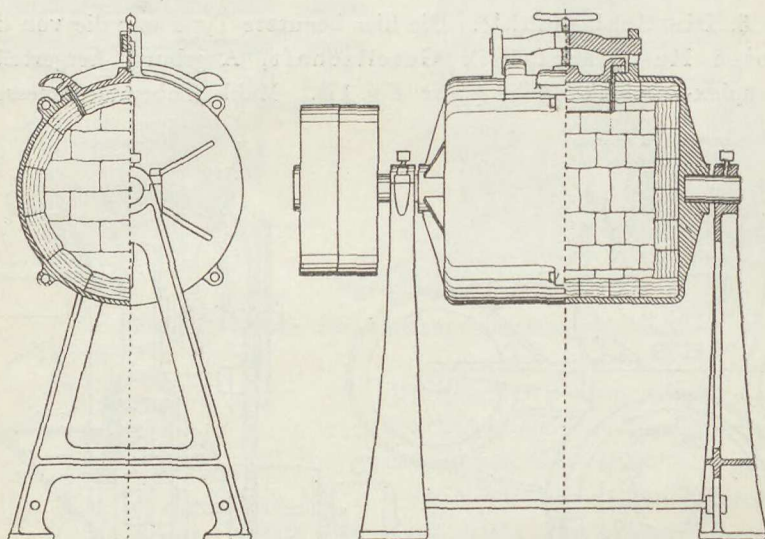


Fig. 18.

Die Mahldauer war für jeden einzelnen Stoff durch einen Versuch so festgelegt, daß 80 Proz. des entstandenen Produkts Sieb Nr. 200 passieren konnten. Die angewandten Stoffmengen und Mahlzeiten gehen aus nebenstehender Tabelle hervor.

Bei der nassen Vermahlung bestand die Füllung aus 28 kg Kugelflint in der Größe von 30–60 mm im Durchmesser wechselnd; die Umdrehungszahl war 49/Min. Die Mahlzeit war bei jedem einzelnen Stoff das Zehnfache der bei der trockenen Vermahlung festgelegten Zeit (vgl. nebenstehende Tabelle, wo gleichzeitig die angewandten Stoff- und Wassermengen angeführt sind). Diese letzteren sind angegeben in Prozentsen der betreffenden Stoffmenge.

Bemerkt wird, daß die Zerkleinerungsmaschinen, ehe sie zu einem neuen Stoff benutzt wurden, erst gründlich gereinigt und danach mit einer passenden Portion des neuen Stoffes, die fortgeworfen wurde, „gespült“ wurden. Es wurde bei allen Versuchen dafür gesorgt, daß der Staubverlust so gering wie möglich blieb.

Stoff	Trockene Vermahlung			Nasse Vermahlung		
	Menge		Mahlzeit	Menge	Wassermenge Proz.	Mahlzeit
	kg	Liter		kg		
Qs. . . .	5,5	3,4	24			
Fs. . . .	5,0	3,7	14	7,0	45	140
Fl. . . .	5,0	4,3	22	7,0	45	220
Gl. . . .	5,0	4,0	22,5	7,0	45	225
Z. . . .	4,0	4,3	12	6,0	55	120
Ba. . . .	7,5	3,7	5,5	13,0	27	55
Ei. . . .	9,0	3,7	14	15,0	23	140

**D. Rechenschaft über die Durchführung der Messungen von den primären Beobachtungen einer einzelnen Meßserie ausgehend, nebst den experimentellen Daten der Untersuchungen.**

Obgleich die meßtechnischen Verfahren im vorhergehenden ausführlich besprochen worden sind, werden sie der Deutlichkeit halber durch nachstehendes Schema demonstriert werden, in welchem beispielsweise die Resultate für die Zerkleinerungsversuche mit Eisenglanz auf dem Walzwerk angegeben sind. Dieses Schema wird zugleich einen Einblick geben über die Unsicherheit, womit die beiden Siebmethoden, die Schlämmung und die Sedimentation nebst der Bestimmung der Größe der gröberen Körner durch Abzählung und darauffolgende Wägung behaftet sind.

Nunmehr werden die experimentellen Daten der Untersuchungen angeführt, die als im ganzen 31 selbständige Untersuchungen in fünf Gruppen nach der Zerkleinerungsmethode geordnet erscheinen, indem Gruppe 1 die mit Backenbrecher (Untersuchungen Nr. 1—6), Gruppe 2 die mit Walzwerk (Untersuchungen Nr. 7—12), Gruppe 3 die mit Schlagmühle (Untersuchungen Nr. 13—18), Gruppe 4 die mit Kugelmühle, Trockenvermahlung (Untersuchungen Nr. 19—25), und Gruppe 5 die mit Kugelmühle, Naßvermahlung, ausgeführten Versuche umfaßt. Innerhalb jeder Gruppe sind die einzelnen Versuche in der Ordnung aufgeführt, die bei deren Ausführung angewandt wurde, so daß hier die Reihenfolge entsteht: Feldspat, Flint, Glas, Ziegelsteine, Baryt, Eisenglanz. Zugleich ist in Gruppe 4 (Untersuchung Nr. 19) der mit Quarzsand als Ausgangsmaterial vorgenommene Versuch angeführt, der jedoch mit Bezug auf das S. 381 Angeführte eine Sonderstellung in der Untersuchungsreihe einnimmt.



Maschine: Walzwerk, Stoff: Eisenglanz

		Versuch Nr. 1	Versuch Nr. 2	Mittel Proz.	q-Mittel Proz.	Cumult. Prz. Proz.	C (k) Proz.	
Handsiebung	Zurück- gehalten von Sieb Nr.	2	440 g	490 g	4,7	2,3	100,0	97,6
		3	2420 „	2340 „	23,9	10,1	95,3	81,5
		5	4410 „	4470 „	44,6	18,2	71,4	45,0
		7	893 „	897 „	9,0	3,9	26,8	21,7
		10	459 „	437 „	4,50	2,0	17,8	15,3
		15	246 „	264 „	2,56	1,14	13,3	11,8
		20	254 „	266 „	2,61	1,08	10,7	9,18
		Rest	800 „	810 „	8,10	—	—	—
Summe		9922 g	9974 g					
Mechanische Siebung	Stoffmenge Zurück- gehalten von Sieb Nr.	36	136 „	132 „	1,36	0,58	8,10	7,32
		50	89 „	89 „	0,90	0,39	6,74	6,23
		70	76 „	78 „	0,78	0,33	5,84	5,39
		100	53 „	53 „	0,54	0,24	5,06	4,76
		140	49 „	51 „	0,51	0,22	4,52	4,23
		200	30 „	30 „	0,30	0,13	4,01	3,84
		Rest	368 „	365 „	3,71	—	—	—
		Summe		801 g	798 g			
Schlämmung	Stoffmenge Zurückgehal- ten von Schlämm- trichter Nr.	0	250 g	250 g	—	—	—	—
		1	85 „	82 „	1,24	0,52	3,71	2,99
		2	43 „	46 „	0,663	0,28	2,47	2,08
		3	52 „	54 „	0,790	0,33	1,80	1,34
		4	42 „	40 „	0,611	0,26	1,01	0,66
		Übergeschlämmt*)	27,3 „	26,6 „	0,402	—	0,40	—
Summe		249 g	249 g					
Sedimentation	Durch Wägung	0	364 mg	355 mg				—
		1	262 „	268 „				0,295
		2	153 „	147 „				0,167
		3	82 „	82 „				0,091
		4	39 „	37 „				0,042
	Kolori- metrisch	5	20 „	18 „				0,021
		6	10,5 „	9,5 „				0,011
		7	7,0 „	6,0 „				0,0072
		8	4,0 „	4,2 „				0,0046
		9	2,5 „	2,5 „				0,0028

\*) Zufolge Sedimentationsprobe Nr. 0.

(Fraktion zwischen Sieb Nr. 1 u. 2); Menge 2 · 10 kg.

Gewicht von 4 · 200 Körner				Mittel	Volumen eines Kornes	$\rho_k$	$k/D_m$
g	g	g	g	g			
620	—	—	—	620	633 mm <sup>3</sup>	8,57 mm	0,64
270	250	240	270	258	263 „	6,40 „	0,73
91	86	92	87	89,0	91,0 „	4,48 „	0,84
21	23	21	20	21,3	21,8 „	2,78 „	0,83
6,4	6,3	6,7	6,2	6,40	6,53 „	1,87 „	0,80
2,0	2,5	2,3	2,4	2,30	2,35 „	1,33 „	0,80
0,69	0,63	0,73	0,70	0,69	0,705 „	0,89 „	0,82
—	—	—	—	—	—	—	—

0,17	0,15	0,16	0,18	0,165	169 · 10 <sup>-3</sup> mm <sup>3</sup>	551 $\mu$	0,82
7 950 Körner in 2,0 g Stoff	—	—	—	—	51,5 · 10 <sup>-3</sup> „	372 „	0,84
18 700 „ „ 1,5 „ „	—	—	—	—	16,4 · 10 <sup>-3</sup> „	254 „	0,87
36 700 „ „ 0,9 „ „	—	—	—	—	5,00 · 10 <sup>-3</sup> „	171 „	0,87
63 800 „ „ 0,6 „ „	—	—	—	—	1,92 · 10 <sup>-3</sup> „	124 „	0,90
91 000 „ „ 0,4 „ „	—	—	—	—	0,90 · 10 <sup>-3</sup> „	96,5 „	1,02
—	—	—	—	—	—	—	—

190 000 Körner in 0,2 g Stoff	—	—	—	—	215 · 10 <sup>3</sup> $\mu^3$	59,8 $\mu$	—
490 000 „ „ 0,13 „ „	—	—	—	—	54,1 · 10 <sup>3</sup> „	37,8 „	—
1 370 000 „ „ 0,08 „ „	—	—	—	—	11,9 · 10 <sup>3</sup> „	22,8 „	—
4 260 000 „ „ 0,05 „ „	—	—	—	—	2,40 · 10 <sup>3</sup> „	13,4 „	—
—	—	—	—	—	—	—	—

—	—	—	—	—	—	8,00 $\mu$	—
—	—	—	—	—	—	5,35 „	—
—	—	—	—	—	—	3,62 „	—
—	—	—	—	—	—	2,44 „	—
—	—	—	—	—	—	1,63 „	—
—	—	—	—	—	—	1,11 „	—
—	—	—	—	—	—	0,78 „	—
—	—	—	—	—	—	0,54 „	—
—	—	—	—	—	—	0,37 „	—



## Gruppe 1.

## Untersuchung Nr. 1. Backenbrecher, Feldspat.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . . Nr. 1	23,6	86,9	14,9 mm	—
„ „ . . . . . „ 2	36,1	55,4	11,2 „	0,83
„ „ . . . . . „ 3	13,7	32,3	7,10 „	0,81
„ „ . . . . . „ 5	10,7	20,1	4,33 „	0,82
„ „ . . . . . „ 7	4,07	13,5	2,70 „	0,81
„ „ . . . . . „ 10	2,80	10,2	1,99 „	0,85
„ „ . . . . . „ 15	1,89	7,87	1,38 „	0,83
„ „ . . . . . „ 20	2,08	5,87	920 μ	0,85
„ „ . . . . . „ 36	1,41	4,13	583 „	0,86
„ „ . . . . . „ 50	1,07	2,85	386 „	0,87
„ „ . . . . . „ 70	0,78	2,02	258 „	0,89
„ „ . . . . . „ 100	0,48	1,42	176 „	0,90
„ „ . . . . . „ 140	0,366	1,00	121 „	0,88
„ „ . . . . . „ 200	0,183	0,740	90,2 „	0,96
„ Schlammtrichter „ 1	0,218	0,534	62,3 „	—
„ „ „ 2	0,164	0,346	39,8 „	—
„ „ „ 3	0,121	0,208	23,4 „	—
Übergeschlämmt . . . . .	0,157	0,124	13,9 „	—
		0,087	9,35 „	—
		0,062	6,33 „	—
		0,045	4,27 „	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,034	2,85 „	—
		0,026	1,95 „	—
		0,018	1,35 „	—
		0,013	0,94 „	—
		0,009	0,65 „	—

## Untersuchung Nr. 2. Backenbrecher, Flint.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . . Nr. 1	15,4	91,8	13,7 mm	—
„ „ . . . . . „ 2	32,6	65,7	10,7 „	0,79
„ „ . . . . . „ 3	15,0	43,3	7,06 „	0,81
„ „ . . . . . „ 5	13,7	28,9	4,50 „	0,85
„ „ . . . . . „ 7	6,15	19,8	2,80 „	0,83
„ „ . . . . . „ 10	4,53	14,6	1,97 „	0,84
„ „ . . . . . „ 15	3,09	10,9	1,39 „	0,84
„ „ . . . . . „ 20	3,51	7,47	927 μ	0,86
„ „ . . . . . „ 36	1,71	5,04	590 „	0,87
„ „ . . . . . „ 50	1,30	3,58	394 „	0,89
„ „ . . . . . „ 70	0,955	2,47	259 „	0,89
„ „ . . . . . „ 100	0,585	1,73	180 „	0,92

## Untersuchung Nr. 2. Backenbrecher, Flint (Fortsetzung).

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr.140	0,446	1,23	130 $\mu$	0,95
„ „ . . . . „ 200	0,223	0,906	94,1 „	1,00
„ Schlammtrichter „ 1	0,370	0,595	65,9 „	—
„ „ „ 2	0,257	0,290	40,0 „	—
„ „ „ 3	0,112	0,118	22,7 „	—
Übergeschlämmt . . . .	0,071	0,055	13,5 „	—
		0,036	9,05 „	—
		0,026	6,10 „	—
		0,019	4,13 „	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,014	2,75 „	—
		0,011	1,88 „	—
		0,009	1,31 „	—
		0,006	0,91 „	—
		0,004	0,63 „	—

## Untersuchung Nr. 3. Backenbrecher, Glas.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr. 1	27,0	85,0	15,0 mm	—
„ „ . . . . „ 2	36,5	51,8	10,7 „	0,79
„ „ . . . . „ 3	12,9	29,0	6,58 „	0,75
„ „ . . . . „ 5	10,0	17,6	4,08 „	0,77
„ „ . . . . „ 7	3,78	11,4	2,52 „	0,75
„ „ . . . . „ 10	2,67	8,28	1,76 „	0,75
„ „ . . . . „ 15	1,73	6,14	1,25 „	0,75
„ „ . . . . „ 20	1,89	4,26	820 $\mu$	0,76
„ „ . . . . „ 36	0,890	2,96	525 „	0,78
„ „ . . . . „ 50	0,710	2,18	361 „	0,82
„ „ . . . . „ 70	0,534	1,57	240 „	0,83
„ „ . . . . „ 100	0,358	1,13	166 „	0,85
„ „ . . . . „ 140	0,264	0,828	119 „	0,87
„ „ . . . . „ 200	0,132	0,637	89,6 „	0,95
„ Schlammtrichter „ 1	0,253	0,433	63,6 „	—
„ „ „ 2	0,178	0,223	38,8 „	—
„ „ „ 3	0,088	0,098	22,6 „	—
Übergeschlämmt . . . . .	0,061	0,046	13,5 „	—
		0,027	9,00 „	—
		0,016	6,10 „	—
		0,011	4,13 „	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,008	2,75 „	—
		0,006	1,88 „	—
		0,004	1,31 „	—
		0,003	0,91 „	—
		0,003	0,63 „	—



## Untersuchung Nr. 4. Backenbrecher, Ziegel.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . . Nr. 1	19,0	90,5	15,1 mm	—
„ „ . . . . . „ 2	28,7	64,1	10,9 „	0,81
„ „ . . . . . „ 3	15,1	43,5	7,04 „	0,80
„ „ . . . . . „ 5	14,2	28,8	4,35 „	0,82
„ „ . . . . . „ 7	6,47	19,3	2,80 „	0,83
„ „ . . . . . „ 10	4,58	13,9	1,94 „	0,83
„ „ . . . . . „ 15	2,88	10,3	1,38 „	0,83
„ „ . . . . . „ 20	3,03	7,24	910 $\mu$	0,84
„ „ . . . . . „ 36	1,52	5,12	600 „	0,89
„ „ . . . . . „ 50	1,10	3,85	408 „	0,92
„ „ . . . . . „ 70	0,880	2,87	264 „	0,91
„ „ . . . . . „ 100	0,522	2,21	181 „	0,92
„ „ . . . . . „ 140	0,432	1,74	127 „	0,93
„ „ . . . . . „ 200	0,246	1,41	91,5 „	0,97
„ Schlammtrichter „ 1	0,247	1,16	66,5 „	—
„ „ „ 2	0,290	0,883	45,2 „	—
„ „ „ 3	0,230	0,630	27,1 „	—
Übergeschlämmt . . . . .	0,533	0,437	16,1 „	—
		0,348	10,8 „	—
		0,263	7,30 „	—
		0,202	4,94 „	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,151	3,30 „	—
		0,115	2,25 „	—
		0,074	1,57 „	—
		0,041	1,09 „	—
		0,019	0,76 „	—

## Untersuchung Nr. 5. Backenbrecher, Baryt.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . . Nr. 1	14,2	92,2	14,4 mm	—
„ „ . . . . . „ 2	35,9	64,9	10,9 „	0,81
„ „ . . . . . „ 3	12,0	42,9	7,31 „	0,83
„ „ . . . . . „ 5	10,6	31,5	4,48 „	0,84
„ „ . . . . . „ 7	4,83	24,5	2,82 „	0,84
„ „ . . . . . „ 10	4,13	20,1	1,97 „	0,84
„ „ . . . . . „ 15	2,67	16,8	1,44 „	0,87
„ „ . . . . . „ 20	3,42	13,6	956 $\mu$	0,89
„ „ . . . . . „ 36	2,04	11,0	603 „	0,89
„ „ . . . . . „ 50	1,62	9,23	384 „	0,87
„ „ . . . . . „ 70	1,53	7,65	255 „	0,88
„ „ . . . . . „ 100	1,18	6,33	175 „	0,89
„ „ . . . . . „ 140	1,03	5,24	122 „	0,89
„ „ . . . . . „ 200	0,87	4,30	92,5 „	0,98

## Untersuchung Nr. 5. Backenbrecher, Baryt (Fortsetzung).

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Schlämmtrichter Nr. 0	1,00	3,34	66,5 $\mu$	—
" " " 1	1,06	2,30	42,7 "	—
" " " 2	0,675	1,46	26,5 "	—
" " " 3	0,478	0,906	15,5 "	—
Übergeschlämmt . . . .	0,705	0,569	9,20 "	—
		0,409	6,19 "	—
		0,294	4,18 "	—
		0,209	2,82 "	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,151	1,88 "	—
		0,106	1,29 "	—
		0,072	0,90 "	—
		0,045	0,62 "	—
		0,025	0,43 "	—

## Untersuchung Nr. 6. Backenbrecher, Eisenglanz.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr. 1	22,1	87,8	14,7 mm	—
" " " " " 2	31,3	59,8	11,1 "	0,82
" " " " " 3	9,90	40,8	6,86 "	0,78
" " " " " 5	10,2	30,7	4,19 "	0,79
" " " " " 7	4,95	23,6	2,70 "	0,80
" " " " " 10	3,77	19,3	1,91 "	0,82
" " " " " 15	2,56	16,2	1,35 "	0,81
" " " " " 20	2,97	13,3	865 $\mu$	0,80
" " " " " 36	1,54	11,3	547 "	0,81
" " " " " 50	1,11	9,93	368 "	0,83
" " " " " 70	1,08	8,85	251 "	0,86
" " " " " 100	0,741	7,97	164 "	0,84
" " " " " 140	0,650	7,29	124 "	0,91
" " " " " 200	0,439	6,75	97,0 "	1,03
" Schlämmtrichter " 0	1,39	5,75	62,2 "	—
" " " 1	1,32	4,40	36,4 "	—
" " " 2	1,21	3,14	22,3 "	—
" " " 3	1,24	1,92	13,0 "	—
Übergeschlämmt . . . .	1,40	1,07	7,70 "	—
		0,682	5,20 "	—
		0,397	3,51 "	—
		0,233	2,37 "	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,140	1,58 "	—
		0,094	1,08 "	—
		0,068	0,75 "	—
		0,050	0,52 "	—
		0,032	0,36 "	—



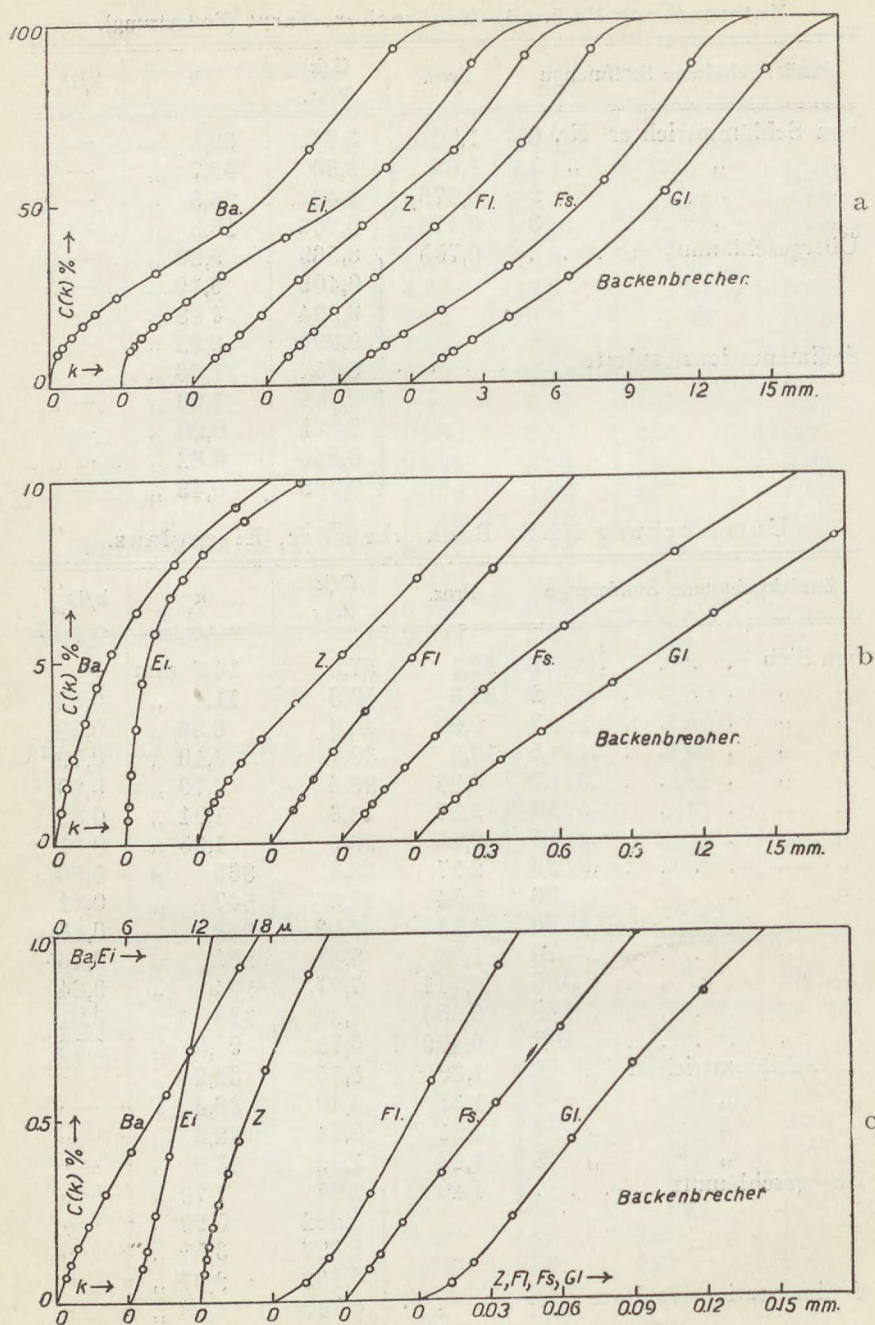


Fig. 19.

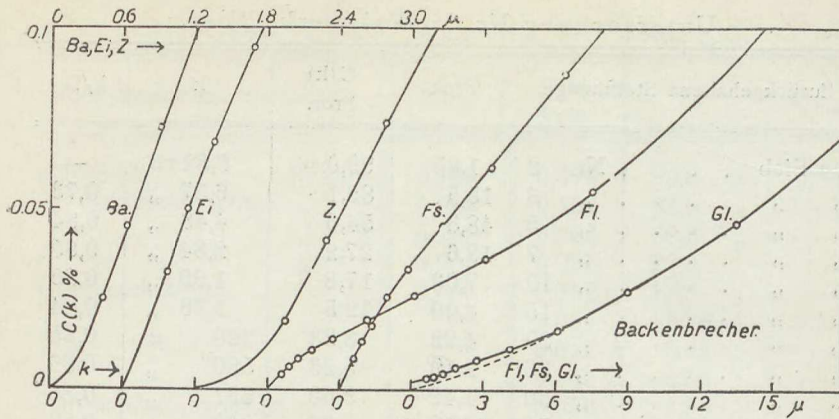


Fig. 19d.

## Gruppe 2.

Untersuchung Nr. 7. Walzwerk, Feldspat.

Zurückgehaltene Stoffmenge		Proz.	C(k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb	Nr.				
	2	17,6	90,3	9,35 mm	—
	3	23,8	68,6	6,82 „	0,78
	5	32,9	39,1	4,38 „	0,82
	7	8,80	20,7	2,72 „	0,81
	10	5,02	14,1	1,91 „	0,82
	15	3,02	10,2	1,39 „	0,84
	20	3,05	7,10	904 μ	0,84
	36	1,52	4,97	570 „	0,84
	50	1,07	3,72	390 „	0,88
	70	0,87	2,76	258 „	0,89
	100	0,54	2,08	180 „	0,92
	140	0,46	1,59	119 „	0,87
	200	0,22	1,27	92,0 „	0,98
„ Schlammtrichter	1	0,45	0,910	63,3 „	—
„	2	0,304	0,542	39,4 „	—
„	3	0,205	0,297	23,3 „	—
Übergeschlämmt		0 211	0,169	13,9 „	—
			0,113	9,30 „	—
			0,077	6,30 „	—
			0,052	4,25 „	—
Sedimentationsresultate			0,035	2,84 „	—
			0,025	1,94 „	—
			0,018	1,35 „	—
			0,012	0,94 „	—
			0,009	0,65 „	—



## Untersuchung Nr. 8. Walzwerk, Flint.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . . Nr. 2	1,95	99,0	8,32 mm	—
" " " " " " 3	15,5	89,1	6,37 "	0,73
" " " " " " 5	48,3	54,0	4,48 "	0,84
" " " " " " 7	12,6	27,2	2,84 "	0,85
" " " " " " 10	7,03	17,8	1,99 "	0,85
" " " " " " 15	4,00	12,5	1,39 "	0,84
" " " " " " 20	4,22	8,23	920 μ	0,85
" " " " " " 36	2,19	5,23	580 "	0,86
" " " " " " 50	1,42	3,50	391 "	0,88
" " " " " " 70	1,00	2,32	260 "	0,89
" " " " " " 100	0,566	1,57	182 "	0,93
" " " " " " 140	0,414	1,09	127 "	0,93
" " " " " " 200	0,210	0,790	93,0 "	0,99
" Schlämmtrichter " 1	0,318	0,516	65,0 "	—
" " " " " 2	0,196	0,267	40,8 "	—
" " " " " 3	0,122	0,115	24,3 "	—
Übergeschlämmt . . . . .	0,064	0,048	14,4 "	—
		0,027	9,70 "	—
		0,017	6,55 "	—
		0,012	4,43 "	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,009	2,95 "	—
		0,006	2,02 "	—
		0,004	1,40 "	—
		0,003	0,98 "	—
		0,002	0,68 "	—

## Untersuchung Nr. 9. Walzwerk, Glas.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . . Nr. 2	19,5	89,4	8,90 mm	—
" " " " " " 3	25,1	66,0	6,72 "	0,77
" " " " " " 5	33,4	35,7	4,25 "	0,80
" " " " " " 7	7,60	17,8	2,56 "	0,76
" " " " " " 10	4,67	11,9	1,72 "	0,74
" " " " " " 15	2,86	8,22	1,20 "	0,72
" " " " " " 20	2,62	5,40	800 μ	0,74
" " " " " " 36	1,31	3,57	519 "	0,77
" " " " " " 50	0,90	2,51	360 "	0,81
" " " " " " 70	0,66	1,74	238 "	0,82
" " " " " " 100	0,40	1,23	168 "	0,86
" " " " " " 140	0,315	0,890	119 "	0,87

## Untersuchung Nr. 9. Walzwerk, Glas (Fortsetzung).

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . . Nr. 200	0,139	0,670	89,0 $\mu$	0,95
„ Schlammtrichter „ 1	0,268	0,454	62,0 „	—
„ „ „ 2	0,202	0,224	38,3 „	—
„ „ „ 3	0,085	0,091	22,0 „	—
Übergeschlämmt . . . . .	0,055	0,037	13,1 „	—
		0,020	8,80 „	—
		0,012	5,95 „	—
		0,008	4,00 „	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,006	2,68 „	—
		0,005	1,83 „	—
		0,004	1,27 „	—
		0,003	0,89 „	—
		0,003	0,61 „	—

## Untersuchung Nr. 10. Walzwerk, Ziegel.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . . Nr. 2	13,6	92,7	9,10 mm	—
„ „ . . . . . „ 3	26,2	71,3	6,75 „	0,77
„ „ . . . . . „ 5	34,9	39,6	4,50 „	0,85
„ „ . . . . . „ 7	9,40	20,1	2,80 „	0,83
„ „ . . . . . „ 10	5,20	13,1	2,00 „	0,86
„ „ . . . . . „ 15	3,23	9,03	1,42 „	0,86
„ „ . . . . . „ 20	3,20	5,70	940 $\mu$	0,87
„ „ . . . . . „ 36	1,33	3,62	582 „	0,86
„ „ . . . . . „ 50	0,805	2,61	400 „	0,90
„ „ . . . . . „ 70	0,606	1,91	263 „	0,90
„ „ . . . . . „ 100	0,368	1,44	182 „	0,93
„ „ . . . . . „ 140	0,263	1,14	130 „	0,95
„ „ . . . . . „ 200	0,134	0,945	92,2 „	0,98
„ Schlammtrichter „ 1	0,186	0,779	67,3 „	—
„ „ „ 2	0,195	0,587	44,8 „	—
„ „ „ 3	0,153	0,417	26,8 „	—
Übergeschlämmt . . . . .	0,353	0,297	15,9 „	—
		0,221	10,7 „	—
		0,168	7,24 „	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,127	4,88 „	—
		0,095	3,26 „	—
		0,068	2,23 „	—
		0,043	1,55 „	—
		0,024	1,08 „	—
		0,009	0,75 „	—



## Untersuchung Nr. 11. Walzwerk, Baryt.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . . Nr. 2	2,76	98,7	8,80 mm	—
" " . . . . . " 3	14,9	88,7	6,34 "	0,72
" " . . . . . " 5	42,2	57,4	4,58 "	0,86
" " . . . . . " 7	12,5	33,2	2,82 "	0,84
" " . . . . . " 10	6,30	24,2	1,93 "	0,83
" " . . . . . " 15	3,99	19,2	1,40 "	0,84
" " . . . . . " 20	4,28	14,9	918 $\mu$	0,85
" " . . . . . " 36	2,60	11,7	597 "	0,89
" " . . . . . " 50	1,85	9,52	394 "	0,89
" " . . . . . " 70	1,74	7,72	260 "	0,89
" " . . . . . " 100	1,16	6,32	176 "	0,90
" " . . . . . " 140	1,03	5,24	125 "	0,91
" " . . . . . " 200	0,62	4,44	96,5 "	1,03
" Schlämmtrichter " 0	1,33	3,40	68,0 "	—
" " " 1	1,19	2,16	42,6 "	—
" " " 2	0,66	1,26	26,2 "	—
" " " 3	0,44	0,735	15,5 "	—
Übergeschlämmt . . . . .	0,55	0,420	9,20 "	—
		0,291	6,19 "	—
		0,194	4,18 "	—
		0,130	2,82 "	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,083	1,88 "	—
		0,056	1,29 "	—
		0,033	0,90 "	—
		0,020	0,62 "	—
		0,007	0,43 "	—

## Untersuchung Nr. 12. Walzwerk, Eisenglanz.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . . Nr. 2	4,7	97,6	8,57 mm	—
" " . . . . . " 3	23,9	81,5	6,40 "	0,73
" " . . . . . " 5	44,6	45,0	4,48 "	0,84
" " . . . . . " 7	9,00	21,7	2,78 "	0,83
" " . . . . . " 10	4,50	15,3	1,87 "	0,80
" " . . . . . " 15	2,56	11,8	1,33 "	0,80
" " . . . . . " 20	2,61	9,18	890 $\mu$	0,82
" " . . . . . " 36	1,36	7,32	551 "	0,82
" " . . . . . " 50	0,90	6,23	372 "	0,84
" " . . . . . " 70	0,78	5,39	254 "	0,87
" " . . . . . " 100	0,54	4,76	171 "	0,87
" " . . . . . " 140	0,51	4,23	124 "	0,90

## Untersuchung Nr. 12. Walzwerk, Eisenglanz (Fortsetzung).

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr. 200	0,30	3,84	96,5 $\mu$	1,02
„ Schlammtrichter „ 0	1,24	2,99	59,8	—
„ „ „ 1	0,66	2,08	37,8	—
„ „ „ 2	0,79	1,34	22,8	—
„ „ „ 3	0,61	0,660	13,4	—
Überschlämmt . . . .	0,40	0,295	8,00	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,167	5,35	—
		0,091	3,62	—
		0,042	2,44	—
		0,021	1,63	—
		0,011	1,11	—
		0,007	0,78	—
		0,005	0,54	—
		0,003	0,37	—

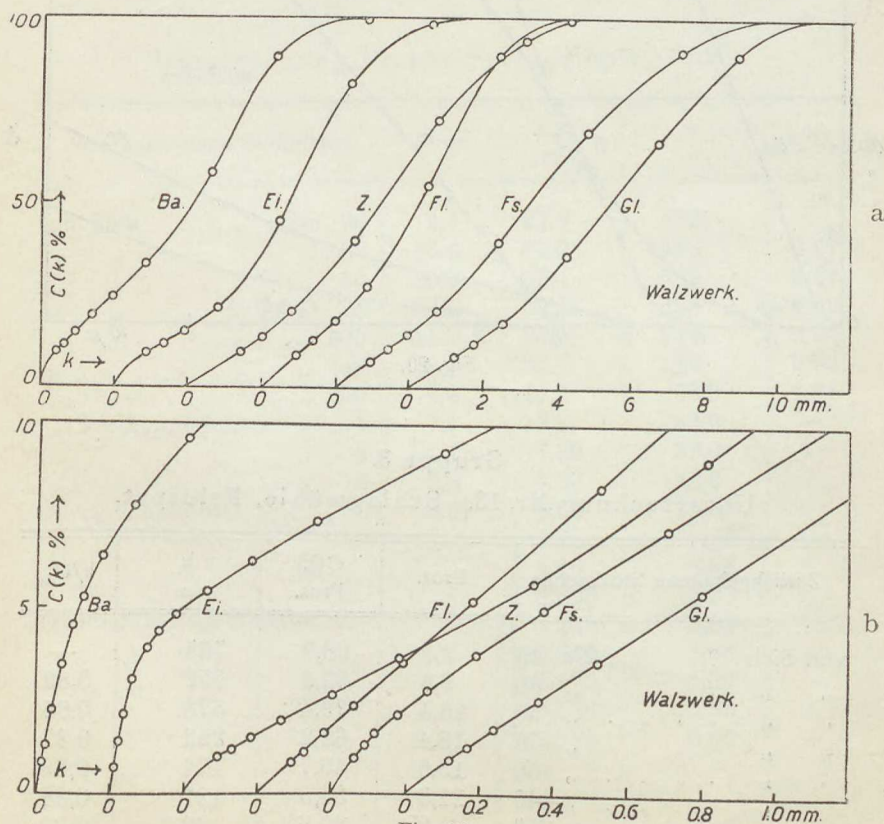


Fig. 20.



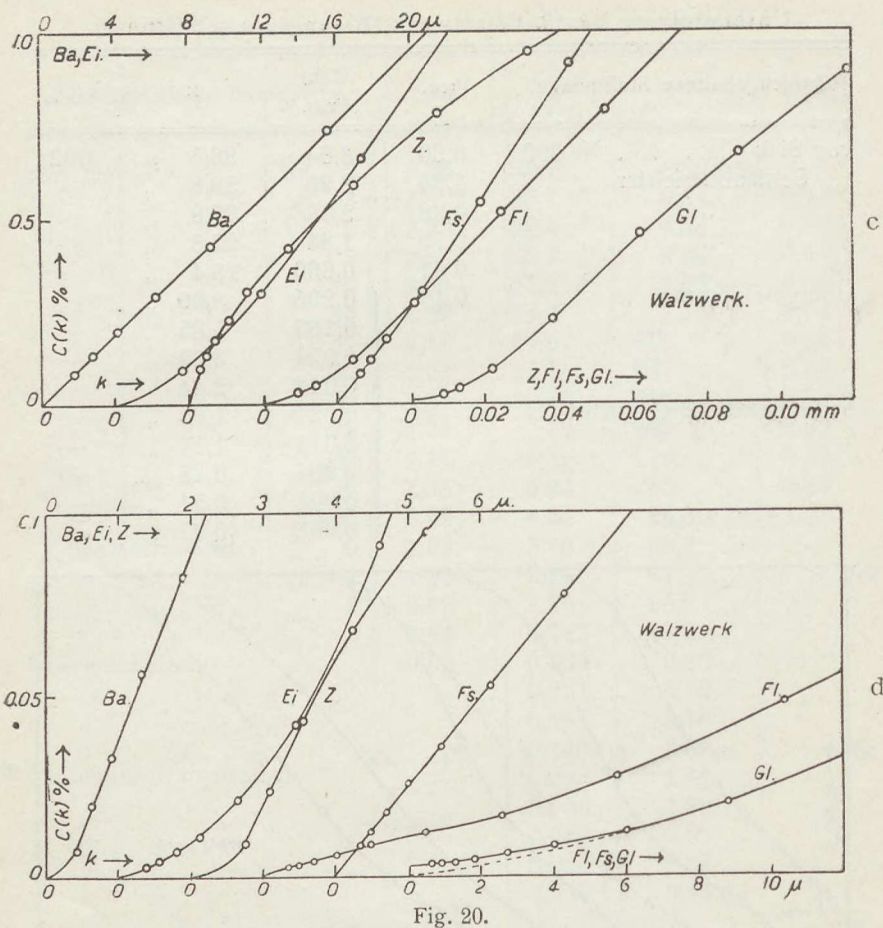


Fig. 20.

## Gruppe 3.

Untersuchung Nr. 13. Schlagmühle, Feldspat.

Zurückgehaltene Stoffmenge		Proz.	C(k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Sieb	Nr. 20	2,2	98,9	765	—
"	" 36	9,6	92,2	552	0,82
"	" 50	15,4	79,4	378	0,85
"	" 70	18,4	62,2	252	0,87
"	" 100	13,6	46,7	174	0,89
"	" 140	11,3	34,5	121	0,88
"	" 200	5,2	26,6	93,0	0,99

## Untersuchung Nr. 13. Schlagmühle, Feldspat (Fortsetzung).

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Schlämmtrichter Nr. 1	10,6	18,1	62,5	—
„ „ „ 2	5,3	10,6	37,8	—
„ „ „ 3	3,65	6,30	22,6	—
Übergeschlämmt . . . .	4,75	3,75	13,4	—
		2,39	9,00	—
		1,55	6,10	—
		0,98	4,11	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,62	2,74	—
		0,41	1,88	—
		0,28	1,30	—
		0,18	0,91	—
		0,10	0,63	—

## Untersuchung Nr. 14. Schlagmühle, Flint.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr. 20	4,1	97,9	822	—
„ „ . . . . „ 36	15,3	87,0	586	0,87
„ „ . . . . „ 50	20,2	69,1	382	0,86
„ „ . . . . „ 70	17,7	50,2	258	0,89
„ „ . . . . „ 100	11,9	36,0	185	0,94
„ „ . . . . „ 140	9,7	25,7	132	0,96
„ „ . . . . „ 200	4,4	19,2	95,0	1,01
„ Schlämmtrichter „ 1	7,1	13,2	64,3	—
„ „ „ 2	4,1	7,80	39,0	—
„ „ „ 3	2,8	4,50	23,2	—
Übergeschlämmt . . . .	3,32	2,66	13,8	—
		1,73	9,27	—
		1,10	6,28	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,695	4,23	—
		0,445	2,82	—
		0,282	1,93	—
		0,190	1,34	—
		0,136	0,93	—
		0,095	0,65	—



## Untersuchung Nr. 15. Schlagmühle, Glas.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr. 20	5,6	96,9	807	—
„ „ . . . . „ 36	16,8	84,7	562	0,83
„ „ . . . . „ 50	20,8	65,7	396	0,89
„ „ . . . . „ 70	18,1	46,4	253	0,87
„ „ . . . . „ 100	11,7	32,1	175	0,89
„ „ . . . . „ 140	9,0	22,0	121	0,88
„ „ . . . . „ 200	3,8	15,9	92,0	0,98
„ Schlammtrichter „ 1	6,9	10,2	62,5	—
„ „ „ 2	3,40	5,34	37,0	—
„ „ „ 3	2,09	2,72	22,2	—
Übergeschlämmt . . . .	1,84	1,42	13,2	—
		0,81	8,85	—
		0,41	6,00	—
		0,20	4,04	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,11	2,70	—
		0,07	1,85	—
		0,05	1,28	—
		0,04	0,89	—
		0,04	0,62	—

## Untersuchung Nr. 16. Schlagmühle, Ziegel.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr. 20	11,2	93,8	855	—
„ „ . . . . „ 36	19,2	77,7	607	0,90
„ „ . . . . „ 50	15,5	60,8	418	0,94
„ „ . . . . „ 70	13,0	46,6	270	0,93
„ „ . . . . „ 100	8,0	36,6	185	0,94
„ „ . . . . „ 140	6,8	29,3	128	0,93
„ „ . . . . „ 200	3,0	24,6	91,0	0,97
„ Schlammtrichter „ 1	3,9	21,1	66,6	—
„ „ „ 2	3,9	17,1	43,7	—
„ „ „ 3	3,6	13,4	26,2	—
Übergeschlämmt . . . .	11,85	10,8	15,6	—
		8,70	10,5	—
		6,53	7,08	—
		4,85	4,77	—
Sedimentationsresultate . . . . .		3,40	3,18	—
		2,29	2,18	—
		1,39	1,51	—
		0,67	1,06	—
		0,31	0,73	—

## Untersuchung Nr. 17. Schlagmühle, Baryt.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr. 20	0,9	99,5	720	—
„ „ . . . . „ 36	3,3	97,2	552	0,82
„ „ . . . . „ 50	6,8	91,9	380	0,86
„ „ . . . . „ 70	11,4	82,5	254	0,87
„ „ . . . . „ 100	12,2	70,7	179	0,91
„ „ . . . . „ 140	11,3	59,1	126	0,92
„ „ . . . . „ 200	7,4	49,9	98,0	1,04
„ Schlammtrichter „ 0	15,1	38,0	68,5	—
„ „ „ 1	13,3	23,9	42,8	—
„ „ „ 2	7,3	14,0	26,2	—
„ „ „ 3	4,85	8,19	15,6	—
Übergeschlämmt . . . .	6,15	4,65	9,30	—
		2,97	6,23	—
		1,85	4,21	—
		1,19	2,84	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,73	1,90	—
		0,46	1,30	—
		0,29	0,90	—
		0,21	0,63	—
		0,12	0,44	—

## Untersuchung Nr. 18. Schlagmühle, Eisenglanz.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr. 20	2,2	98,9	828	—
„ „ . . . . „ 36	7,4	93,5	560	0,83
„ „ . . . . „ 50	9,3	85,1	395	0,89
„ „ . . . . „ 70	10,7	75,0	260	0,89
„ „ . . . . „ 100	8,2	65,8	178	0,91
„ „ . . . . „ 140	8,0	57,7	128	0,93
„ „ . . . . „ 200	4,7	51,6	97,5	1,04
„ Schlammtrichter „ 0	15,3	40,7	64,7	—
„ „ „ 1	11,5	27,7	37,3	—
„ „ „ 2	9,7	17,1	22,3	—
„ „ „ 3	7,7	8,60	13,4	—
Übergeschlämmt . . . .	5,35	3,47	8,00	—
		1,62	5,35	—
		0,800	3,62	—
		0,360	2,44	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,192	1,63	—
		0,119	1,11	—
		0,085	0,78	—
		0,064	0,54	—
		0,045	0,37	—



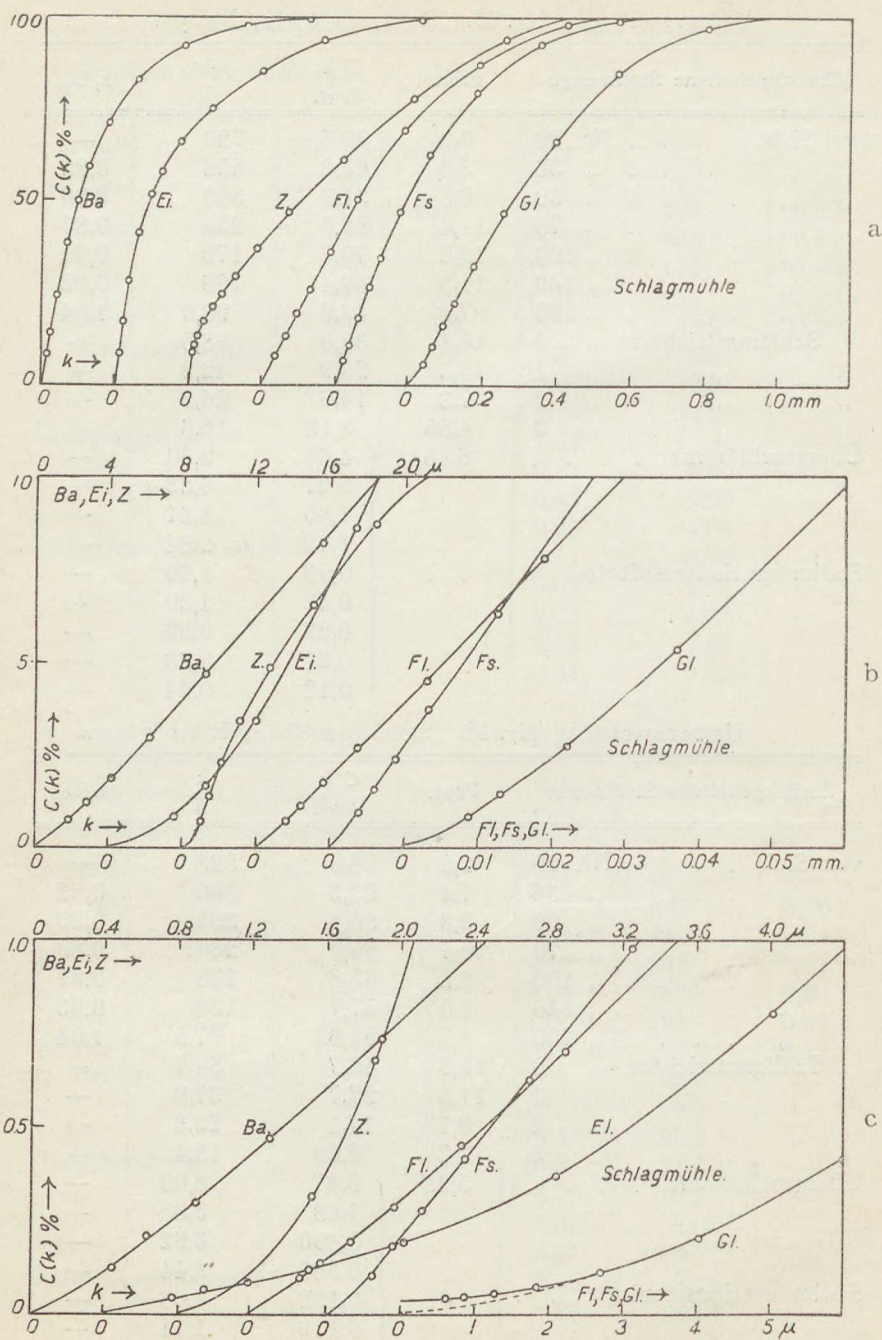


Fig. 21.

## Gruppe 4.

Untersuchung Nr. 19. Kugelmühle, trockene Vermahlung,  
Quarzsand.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . Nr. 100	2,0	—	—	—
„ „ . . . „ 140	8,0	93,5	120	0,88
„ „ . . . „ 200	10,0	84,4	92,0	0,98
„ Schlammtrichter „ 1	23,0	66,7	63,5	—
„ „ „ 2	18,8	46,0	37,3	—
„ „ „ 3	14,8	29,6	22,0	—
Übergeschlämmt . . . .	23,4	19,4	13,1	—
		13,4	8,77	—
		8,12	5,93	—
		4,74	4,00	—
Sedimentationsresultate . . . . .		2,95	2,68	—
		1,97	1,83	—
		1,30	1,27	—
		0,85	0,89	—
		0,58	0,61	—

Untersuchung Nr. 20. Kugelmühle, trockene Vermahlung,  
Feldspat.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . Nr. 100	2,4	—	—	—
„ „ . . . „ 140	8,7	92,7	119	0,87
„ „ . . . „ 200	9,7	83,4	91,0	0,97
„ Schlammtrichter „ 1	20,2	67,5	62,0	—
„ „ „ 2	16,2	49,8	37,9	—
„ „ „ 3	14,7	34,3	22,5	—
Übergeschlämmt . . . .	28,1	22,2	13,3	—
		15,9	8,98	—
		11,5	6,07	—
		7,67	4,10	—
Sedimentationsresultate . . . . .		5,35	2,73	—
		3,80	1,87	—
		2,70	1,30	—
		1,82	0,91	—
		1,30	0,63	—



Untersuchung Nr. 21. Kugelmühle, trockene Vermahlung,  
Flint.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr. 100	1,4	—	—	—
„ „ . . . . „ 140	8,3	94,0	121	0,88
„ „ . . . . „ 200	11,4	83,9	91,5	0,97
„ Schlammtrichter „ 1	19,9	67,5	64,2	—
„ „ „ 2	18,4	48,4	39,4	—
„ „ „ 3	14,5	32,3	23,1	—
Übergeschlämmt . . . .	26,2	79,0 Proz.	22,0	13,8
			15,8	9,25
			10,6	6,26
			6,85	4,23
Sedimentationsresultate . . . . .			4,50	2,82
			3,00	1,93
			2,10	1,34
			1,44	0,94
			0,80	0,65

Untersuchung Nr. 22. Kugelmühle, trockene Vermahlung,  
Glas.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr. 100	1,8	—	—	—
„ „ . . . . „ 140	8,4	93,5	116	0,85
„ „ . . . . „ 200	10,8	83,7	90,7	0,96
„ Schlammtrichter „ 1	21,7	66,4	60,9	—
„ „ „ 2	17,4	47,1	37,0	—
„ „ „ 3	15,8	30,7	22,5	—
Übergeschlämmt . . . .	24,1	79,0 Proz.	19,6	13,4
			13,1	9,00
			7,36	6,09
			4,01	4,10
Sedimentationsresultate . . . . .			2,38	2,74
			1,64	1,87
			1,23	1,30
			0,96	0,91
			0,86	0,63

Untersuchung Nr. 23. Kugelmühle, trockene Vermahlung,  
Ziegel.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr. 100	2,0	—	—	—
„ „ . . . . „ 140	8,6	93,2	112	0,82
„ „ . . . . „ 200	10,6	83,4	84,0	0,89
„ Schlammtrichter „ 1	7,6	74,6	65,0	—
„ „ „ 2	12,6	63,8	44,0	—
„ „ „ 3	11,3	52,0	26,6	—
Übergeschlämmt . . . .	47,3	45,2	15,8	—
		36,4	10,6	—
		29,6	7,20	—
		22,9	4,85	—
Sedimentationsresultate . . . . .		17,2	3,24	—
		12,3	2,21	—
		7,85	1,54	—
		4,25	1,07	—
		1,89	0,74	—

Untersuchung Nr. 24. Kugelmühle, trockene Vermahlung,  
Baryt.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr. 100	2,9	—	—	—
„ „ . . . . „ 140	9,3	91,9	121	0,88
„ „ . . . . „ 200	8,8	82,8	91,5	0,97
„ Schlammtrichter „ 0	16,7	69,5	68,5	—
„ „ „ 1	18,0	52,0	42,2	—
„ „ „ 2	12,6	36,9	26,4	—
„ „ „ 3	11,1	25,3	15,8	—
Übergeschlämmt . . . .	20,6	16,8	9,40	—
		11,9	6,30	—
		8,20	4,26	—
		5,40	2,88	—
Sedimentationsresultate . . . . .		3,42	1,92	—
		2,11	1,31	—
		1,28	0,91	—
		0,66	0,63	—
		0,28	0,44	—



Untersuchung Nr. 25. Kugelmühle, trockene Vermahlung,  
Eisenglanz.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C(k) Proz.	k $\mu$	k/D <sub>m</sub>
von Sieb . . . . Nr. 100	3,2	—	—	—
" " " " " 140	8,1	92,3	116	0,85
" " " " " 200	7,7	84,3	94,0	1,00
" Schlämmtrichter " 0	18,5	70,2	63,3	—
" " " " " 1	18,1	52,0	37,2	—
" " " " " 2	15,9	35,1	22,2	—
" " " " " 3	14,4	20,2	13,1	—
Übergeschlämmt . . . .	14,1	9,45	7,80	—
		4,90	5,24	—
		2,34	3,54	—
		1,11	2,39	—
Sedimentationsresultate . . . . .		0,68	1,60	—
		0,41	1,09	—
		0,33	0,760	—
		0,26	0,525	—
		0,17	0,367	—

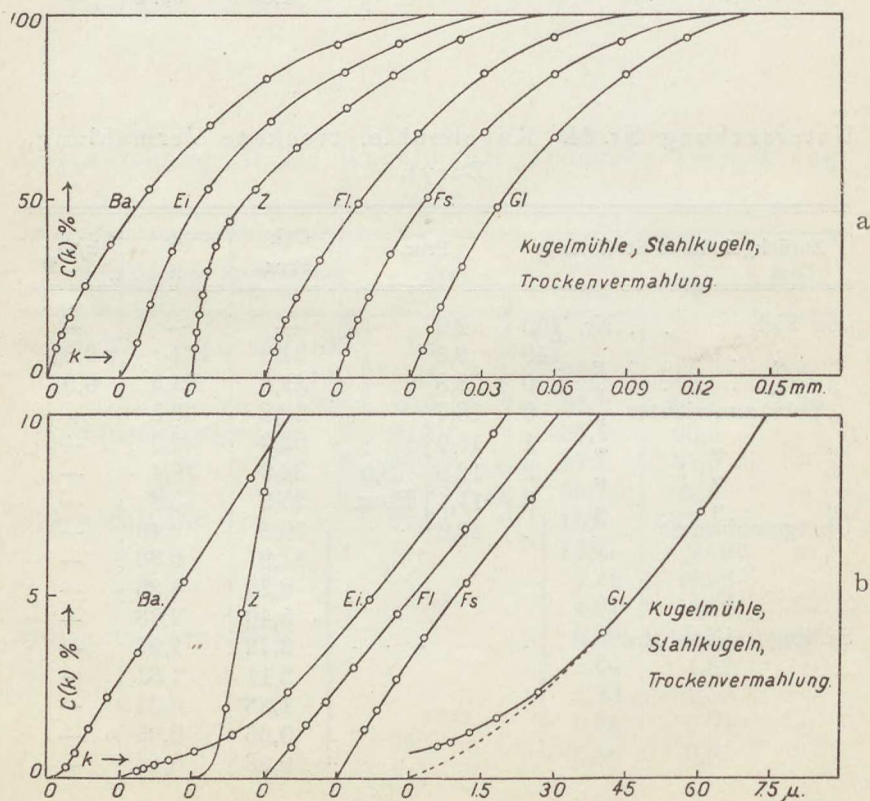


Fig. 22.

## Gruppe 5.

Untersuchung Nr. 26. Kugelmühle, nasse Vermahlung,  
Feldspat.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$
von Schlammtrichter Nr. 1	1,0	—	—
" " " 2	12,5	91,7	35,5
" " " 3	21,5	74,0	21,8
Übergeschlämmt . . . .	65,0	{ 58,0	13,0
		{ 45,0	8,70
		{ 33,7	5,90
		{ 24,6	3,97
		{ 18,5	2,65
Sedimentationsresultate . . . . .		{ 13,9	1,81
		{ 10,2	1,26
		{ 7,4	0,88
		{ 5,4	0,61
		{ 4,2	0,46
		{ 2,9	0,31
		{ 2,0	0,20

Untersuchung Nr. 27. Kugelmühle, nasse Vermahlung,  
Flint.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$
von Schlammtrichter Nr. 1	1,2	—	—
" " " 2	9,4	93,3	38,3
" " " 3	21,9	76,7	23,0
Übergeschlämmt . . . .	67,5	{ 60,2	13,7
		{ 47,2	9,18
		{ 36,0	6,22
		{ 27,1	4,19
		{ 20,2	2,80
Sedimentationsresultate . . . . .		{ 15,3	1,91
		{ 11,3	1,33
		{ 8,17	0,925
		{ 5,85	0,643
		{ 4,6	0,49
		{ 3,3	0,33
		{ 2,1	0,21



Untersuchung Nr. 28. Kugelmühle, nasse Vermahlung,  
Glas.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$
von Schlammtrichter Nr. 1	1,6	—	—
" " " 2	11,4	91,7	36,4
" " " 3	21	74,8	23,0
Übergeschlämmt . . . .	66	57,5	13,7
		44,5	9,18
		32,2	6,22
		23,0	4,19
		15,4	2,80
Sedimentationsresultate . . . . .		10,8	1,91
		7,5	1,33
		5,2	0,925
		3,8	0,643
		3,0	0,49
		2,4	0,33
		2,2	0,22

Untersuchung Nr. 29. Kugelmühle, nasse Vermahlung,  
Ziegel.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$
von Schlammtrichter Nr. 1	1,1	—	—
" " " 2	7,6	94,4	43,8
" " " 3	14,5	82,9	27,0
Übergeschlämmt . . . .	76,8	67,9	16,0
		58,7	10,8
		48,9	7,29
		38,8	4,91
		29,2	3,28
Sedimentationsresultate . . . . .		20,2	2,24
		12,4	1,56
		6,04	1,08
		2,03	0,75
		0,88	0,57
		0,16	0,38
		0	0,25

Untersuchung Nr. 30. Kugelmühle, nasse Vermahlung,  
Baryt.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$
von Schlammtrichter Nr. 0	3,3	—	—
" " " 1	16,2	87,3	40,3
" " " 2	17,9	70,0	26,4
" " " 3	19,5	51,3	16,1
Übergeschlämmt . . . .	43,1	36,2	9,58
		27,6	6,43
		20,4	4,35
		14,6	2,94
		10,4	1,96
Sedimentationsresultate . . . . .		7,30	1,34
		4,70	0,93
		2,96	0,65
		1,69	0,45
		0,93	0,34
		0,47	0,23
		0,21	0,15

Untersuchung Nr. 31. Kugelmühle, nasse Vermahlung,  
Eisenglanz.

Zurückgehaltene Stoffmenge	Proz.	C (k) Proz.	k $\mu$
von Schlammtrichter Nr. 0	2,9	—	—
" " " 1	16,5	87,6	32,0
" " " 2	21,0	68,3	21,5
" " " 3	24,0	45,7	13,2
Übergeschlämmt . . . .	35,6	25,8	7,80
		16,4	5,27
		9,85	3,56
		6,15	2,40
		4,10	1,60
Sedimentationsresultate . . . . .		2,90	1,10
		2,00	0,76
		1,50	0,53
		0,88	0,37
		0,55	0,28
		0,28	0,19
		0,07	0,13



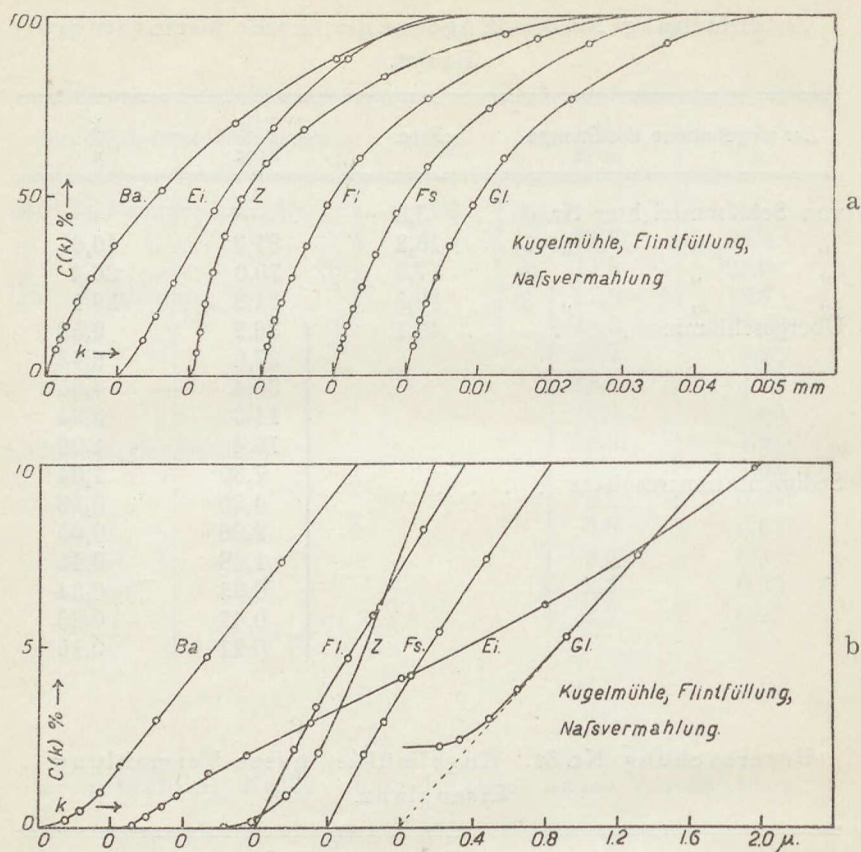


Fig. 23.

Die obenstehenden Resultate sind mit Bezug auf das S. 389 Angeführte in Fig. 19 bis 23 abgebildet, wobei dieselbe Gruppeneinteilung wie bei der tabellarischen Darstellung angewandt ist. Innerhalb jeder Gruppe wurde jedoch die Stoffordnung mit Rücksicht auf die Übersichtlichkeit etwas anders gewählt. Endlich wurde die Kurve für kugelmühlevermahlenen Quarzsand aus Gründen, die aus dem Folgenden hervorgehen werden, für sich abgebildet (Fig. 24).

Im übrigen ist allgemein zu bemerken:

Bei jedem der 31 Versuche, wurden die Sieb-, Schlamm- und Sedimentationsoperationen zweimal vorgenommen, wonach die entstandenen Kornfraktionen zwei und zwei zusammengeschlagen wurden. Bevor die zur Korngrößenbestimmung notwendige Kornmenge aus einer Fraktion herausgenommen wurde, wurde diese auf einem glatt ausgebreiteten Bogen Papier gerollt. Die die Siebfraktionen betreffenden Korngrößen-

bestimmungen, bei denen Zählkammern angewandt wurden, wurden gewöhnlich nur einmal ausgeführt, indem bei Wiederholung niemals nennenswerte Abweichungen gefunden wurden. In den Schlämfraktionen wurden dagegen im allgemeinen zwei Bestimmungen vorgenommen. Am größten ist die Unsicherheit hier bei den feinsten Fraktionen von Eisenglanz, bei welchen eine geringe Neigung zur Flotation gefunden wurde.

Bei Schlämzung und Sedimentation der Stoffe Quarz, Feldspat, Flint und Glas wurde bei beiden Versuchen destilliertes Wasser bei den auf Backenbrecher, Walzwerk und Schlagmühle zerkleinerten Pro-

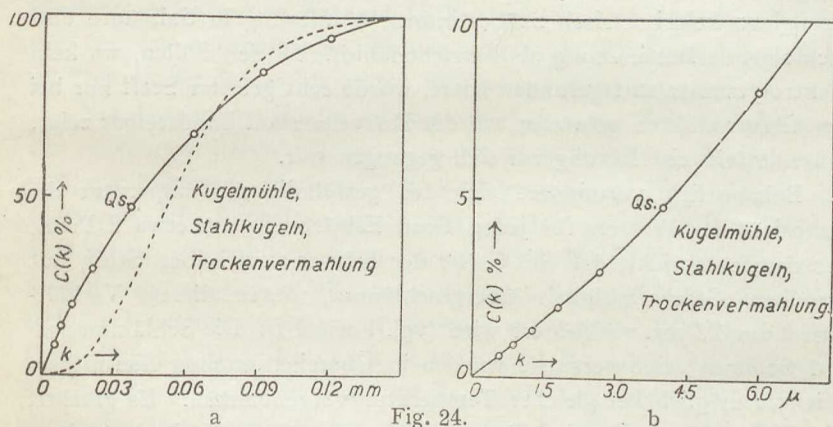


Fig. 24.

dukten angewandt, wohingegen bei den auf der Kugelmühle vermahlenen bei dem einen Versuch an Stelle von Wasser eine 0,002molare Kaliumkarbonatlösung benutzt wurde. Es entstanden auf diese Weise keine Abweichungen zwischen den beiden Versuchen. Bei den Stoffen Baryt und Ziegel wurde bei dem einen Versuch eine 0,001molare, bei dem andern eine 0,002molare Kaliumzitratlösung benutzt. Beim Eisenglanz wurde bei beiden Versuchen eine 0,001molare Arseniklösung angewandt, indem jedoch bei dem durch nasse Vermahlung auf der Kugelmühle entstandenen Produkt drei Versuche mit bzw. 0,0005-, 0,001- und 0,002molaren Lösungen vorgenommen wurden. In keinem Falle entstanden durch derartige Änderungen in den Elektrolytenkonzentrationen nachweisbare Unstimmigkeiten in den Versuchsergebnissen.

Nach dem Abschluß eines Sedimentationsversuches wurde im allgemeinen eine Probe der Aufschlämzung in einem Dewarschen Gefäß etwa 10 Tage hingestellt, wonach 120 cm<sup>3</sup> der oberen klaren Lösung abpipettiert, eingedampft und gewogen wurden. Auf diese Weise war es möglich, den Inhalt der Aufschlämzung an echt gelösten



Stoffen zu kontrollieren, subsidiär eine Sedimentationsprobe für den als Peptisator zugesetzten Elektrolyten zu korrigieren. Dieser erwies sich in allen Fällen als stark hygroskopisch, ein Umstand, der eine recht große Unsicherheit auf die bei den zuletzt entnommenen Aufschlammungsproben entstandenen Wägezahlen ausübte. Diese Unsicherheit, die doch nur ausnahmsweise etwa 20 Proz. überstieg, war eine dominierende Ursache dafür, daß die Sedimentationsuntersuchungen nicht bis zu noch kleineren Korngrößen fortgesetzt wurden. Aus der gleichen Ursache entschied man sich dafür, die Stoffmenge in den zuletzt entnommenen Aufschlammungsproben von Eisenglanz kolorimetrisch zu bestimmen (Auflösung in Salzsäure und nachfolgende Bestimmung als Ferrirhodanid). In den Fällen, wo kein Elektrolytzusatz stattgefunden hatte, wurde echt gelöster Stoff nur bei den Glasprodukten gefunden, wo der Kurvenverlauf unmittelbar zeigt, daß eine teilweise Lösung vor sich gegangen war.

Bekanntlich vermindert sich bei gewöhnlicher Temperatur die Viskosität des Wassers für jeden Grad Erwärmung um etwa 2 Proz., was dem entspricht, daß die Größe der Körner vom selben Stoff, mit derselben Geschwindigkeit übergeschlämmt, unter diesen Verhältnissen um 1 Proz. verkleinert wird (vgl. Formel 1). Die Schlämmungs- und Sedimentationsversuche wurden in Übereinstimmung hiermit soweit wie möglich bei gleicher Temperatur vorgenommen. Es glückte, alle Schlämmversuche im Temperaturbereich  $19 \pm 1\frac{1}{2}^{\circ}$  einzuleiten, und es zeigte sich, daß die solchen Temperaturschwankungen entsprechenden Unterschiede in der Korngröße sich nicht in den entsprechenden Meßresultaten abspiegelten.

Bei der trockenen Vermahlung auf der Kugelmühle zeigte es sich, daß das Produkt ein wenig verunreinigt wurde durch das von den Stahlkugeln abgenutzte Eisen. Dementsprechend bekamen Produkte, die normalerweise weiß sein sollten, z. B. Flint, ein graues Aussehen. Dieses Eisen konnte bei den folgenden Schlämm- und Sedimentationsuntersuchungen Anlaß zur Rostbildung und dadurch hervorgerufener Koagulation geben. Es zeigte sich jedoch, daß diese Rostbildung ganz vermieden werden konnte, wenn die Schlämm- und Sedimentationsapparate unmittelbar nach jeder Messung sorgfältig mit Salzsäure gereinigt wurden.

Um zu untersuchen, wie weit überhaupt eine durch die beim Sieben benutzten Nägel verursachte Vermahlung gespürt werden konnte, wurden weiterhin zwei Untersuchungen mit bzw. kugelmühlevermahlenem Quarz und Ziegel vorgenommen, die beide mit Sieb Nr. 200 ohne An-

wendung von Nägeln gesiebt waren, indem das Sieb statt dessen alle 5 Minuten abgebürstet wurde. Damit die durchgefallene Stoffmenge dieselbe blieb wie bei der auf gewöhnliche Weise vorgenommenen Siebung, erwies es sich in beiden Fällen als notwendig, 40 Minuten zu sieben. Die folgende Schlamm- und Sedimentationsuntersuchung ergab indessen im ganzen Meßbereich Resultate, die überall die gleichen waren, wie die nach der gewöhnlichen Untersuchungsmethode erhaltenen.

Um mögliche Wirkungen von Rekristallisation zu untersuchen, wurde der naß vermahlene Baryt noch einer Untersuchung unterworfen, nachdem er im nassen Zustand 15 Tage gestanden hatte. Nur bei den drei zuletzt entnommenen Proben wurde ein Rückgang von 20 bis 50 Proz. in der aufgeschlammten Stoffmenge gefunden.

Von besonderen Quellen zur Unsicherheit außer den bereits genannten seien noch hervorgehoben 1. Stauben während der Zerkleinerung und der folgenden Handsiebung, 2. Zurückhaltung der feinsten Bestandteile (als festhaftender Staub) in den groben Siebfractionen, 3. teilweise Vermahlung beim Siebungsprozeß. Diese Unsicherheitsquellen, über deren Einfluß man außerordentlich schwierig präzise Vorstellungen erhalten kann, sind offenbar am größten bei den auf dem Backenbrecher und Walzwerk zerkleinerten Produkten, in denen die Mengen der staubfeinen Bestandteile relativ klein sind. Eine mikroskopische Untersuchung des hier bei der Zerkleinerung und Siebung zerstreuten Staubes zeigte, daß in diesem nur die Korngrößen vorhanden waren, die durch Sedimentationsanalyse untersucht wurden. Die hierhergehörigen Versuchsergebnisse, entsprechend dem Kurvenverlauf in den Fig. 19d und 20d, sind daher nur mit einem gewissen Vorbehalt aufzunehmen. Andere Quellen zur Unsicherheit sind: 4. Nicht ganz vollständige Dispersion während des Sedimentationsverlaufes; eine Fehlerquelle, deren Abwesenheit man nur als wahrscheinlich annehmen kann. 5. Unrichtige Wahl der Größe  $q$ . 6. Unrichtige Bestimmung der Konstante  $c$  in Stokes' Gesetz (diese in der Form 3 geschrieben). Doch wird daran erinnert, daß  $q$ , ohne daß in den Wert für  $C(k)$  ein Fehler größer als 1 Proz. eingeführt wird, etwa 5 Proz. vom richtigen Wert abweichen kann, wie auch zu bemerken ist, daß der außerordentlich gleichmäßige Verlauf der aufgezeichneten Kurven darauf hindeutet, daß es im großen und ganzen geglückt ist, eine Meßgenauigkeit zu realisieren, die den S. 386 aufgestellten Wunsch erfüllt.



#### IV. Diskussion der durch die Untersuchung erhaltenen Resultate.

Wie eine unmittelbare Betrachtung zeigt, bietet das vorliegende Versuchsmaterial ein außerordentlich buntes Bild dar. Wenn nun eine Deutung dieses Bildes versucht werden soll, so werde ich diese Aufgabe als gleichbedeutend mit einer näheren Untersuchung auffassen, in wie hohem Grade es möglich geworden ist, eine Antwort auf die auf der S. 368 gestellten Fragen zu geben, die infolge der Art der ganzen Untersuchung hier in Betracht kommen können. Es soll indessen sofort bemerkt werden, daß, da sowohl die gewählten Zerkleinerungsarten als auch die Stoffe innerhalb der ganzen Ausdehnung der betreffenden Gebiete ausgesucht sind, die Möglichkeit Vergleiche zu ziehen, im selben Grad eingeschränkt ist, wie es möglich wurde, den Beobachtungsbereich zu erweitern. Es muß folglich mit der allergrößten Behutsamkeit vorgegangen werden, wenn man aus den einzelnen Untersuchungen generelle Resultate ziehen will. Es zeigt sich denn auch, daß wir nur betreffend Frage 1 imstande sind, erschöpfende Antwort zu geben, nämlich daß sich in zerkleinerten Produkten keine allgemeine Gesetzmäßigkeit in der Verteilung der Stoffmenge auf die verschiedenen Korngrößen findet, sondern daß diese sowohl mit der Zerkleinerungsart als auch mit dem Stoff variiert. Man sieht jedoch, daß man bei Stofffraktionen, sogar innerhalb recht weiter Grenzen, mit einer gleichmäßigen Verteilung der Stoffmenge auf die verschiedenen Korngrößen rechnen darf, so daß die unter II B, 2a abgeleiteten Formeln hier angewandt werden können. Dagegen ist das von Mellor abgeleitete *mean* (Formel 2) weniger zweckmäßig und bei der Berechnung von Zerkleinerungsgraden (*surface factors*) prinzipiell verkehrt.

Wenn versucht werden soll, die Frage 2 zu beantworten, so will ich hier bei der Analyse scheiden zwischen a) solchen Zerkleinerungsarten, wo das Produkt systematisch entfernt wird, sobald es imstande ist, eine für die benutzte Zerkleinerungsmaschine charakteristische Maschenweite zu passieren (z. B. die Spaltweite des Backenbrechers), und b) solchen, wo dies nicht stattfindet. Was den Fall a) angeht, können von den untersuchten Produkten offenbar nur die auf dem Backenbrecher und dem Walzwerk zerkleinerten hier in Betracht kommen. Von diesen müssen wieder die vom Walzwerk stammenden am leichtesten für die Analyse zugänglich sein, indem die die Zerteilung hervorriefende Einwirkung hier im großen und ganzen rein drückend ist, ebenso wie die Zerkleinerung hier als vollzogen angesehen werden kann, sobald in jedem einzelnen der zugeführten Körner Bruch eingetreten ist.



Laßt uns daher zunächst die Resultate der durch Zerkleinerung auf dem Walzwerk ausgeführten Versuche ins Auge fassen.

Beginnen wir damit, die Stoffverteilung auf die größten Korngrößen zu betrachten, so wird ersichtlich (Fig. 20a), daß der Fall der Kurve gegen den Nullpunkt durch einen mehr oder minder deutlich ausgesprochenen Knick erfolgt, gelegen bei einer Korngröße von 3 bis 4 mm. Dieser Knick läßt sich offenbar damit erklären, daß die Spaltweite des Walzwerkes die Repräsentation einer einzelnen Korngröße im Mahlgut begünstigt, was damit übereinstimmt, daß der Inflexionspunkt [entsprechend einem Maximum von  $V(k)$ ] in der Nähe der  $k = 6$  mm entsprechenden Abszisse liegt. Den Kurvenverlauf unterhalb des erwähnten Knicks können wir offenbar als einen für jeden einzelnen Stoff, bei Bruch hervorgerufen durch die rein drückende Wirkung, charakteristischen Verlauf betrachten. Wie man sieht, ist dieser für die Stoffe Ziegel, Flint, Feldspat und Glas recht gleichartig, indem die Kurve hier annäherungsweise eine gerade Linie durch den Anfangspunkt ist. Wieweit dieser Kurvenverlauf, der ausdrückt, daß die Stoffmenge sich gleichmäßig auf die verschiedenen Korngrößen verteilt (the products are evenly graded by weight), das generelle Resultat der einzelnen Zerteilung eines Stoffteilchens ist, indem die Abweichungen bei Baryt und Eisenglanz möglicherweise dadurch zu erklären sind, daß hier, ehe der eigentliche Bruch eintritt, in höherem Grade lokale Zermahlung an den Angriffstellen der Mahlflächen vor sich geht, mag indessen dahingestellt bleiben. Es geht jedoch deutlich hervor, daß hier durch den die Zerkleinerung bewirkenden Bruch in allen Fällen Körner von allen möglichen Größen gebildet werden.

Während im großen und ganzen damit gerechnet werden kann, daß die Wirkung des Walzwerkes die rein drückende ist, wird bei den übrigen angewandten Zerkleinerungsarten die Zerteilung zugleich in mehr oder minder hohem Grade einer Reibung zuzuschreiben sein, durch die die Körner in dem der Zerkleinerung unterworfenen Produkt abgenutzt werden.

Ehe wir dazu übergehen, die Resultate der mit dem Walzwerk vorgenommenen Untersuchungen mit den übrigen Versuchsergebnissen zu vergleichen, soll hervorgehoben werden, daß die Zulässigkeit einer vergleichenden Analyse der durch verschiedene Zerkleinerungsarten entstandenen Resultate notwendigerweise eine gewisse fundamentale Gesetzmäßigkeit beim Bruchphänomen voraussetzt. Unsere Kenntnis einer solchen Gesetzmäßigkeit ist indessen höchst unvollkommen, und wenn ich mich überhaupt an dieser Stelle auf einen analytischen Ver-



gleich zwischen Zerkleinerungsergebnissen von weit verschiedenen Verfahren einlasse, so geschieht es auch mehr, um die Probleme zu unterstreichen, die ich für richtunggebend bei der weiteren Forschung auf diesen Gebieten halte, als um Anerkennung der hier von mir aufgestellten Vermutungen zu verlangen. Ich will also unterstreichen, daß die Möglichkeit, einen Überblick über diese Gebiete zu erwerben, wesentlich bedingt ist durch die Erfüllung einer Reihe von hier zu setzenden Voraussetzungen, deren Art im folgenden näher entwickelt werden soll.

Wir wollen uns für den Anfang auf solche Zerkleinerungsarten beschränken, bei denen die Zerkleinerung zuwege gebracht wird dadurch, daß die noch nicht fertig zerkleinerten Körner wesentlich solchen Einwirkungen unterworfen werden, die zur Folge haben, daß der ganze Klumpen berstet. Diese Einwirkungen, die hier stets zu einem Teil auf drückenden Kräften beruhen, können im übrigen bald durch Druck, bald durch Schlag zuwege gebracht werden und bald dadurch, daß zu den drückenden Kräften verschiebende hinzukommen, z. B. dadurch, daß die Mahlf lächen, wenn sie sich einander nähern, gleichzeitig seitwärts zueinander bewegt werden. Es wird nun vorausgesetzt, daß jeder solche Bruch statistisch seinen charakteristischen Verlauf haben wird, dementsprechend, daß die Charakteristik für ein Produkt — dadurch entstanden, daß jedes Korn in einem ursprünglichen Produkt von annähernd gleich großen Körnern solchen gleichartigen Einwirkungen unterworfen gewesen ist, daß der Bruch gerade eingetreten ist — einen durch den Stoff und die betreffende Einwirkung eindeutig bestimmten Verlauf hat. Wir wollen nun für eine solche Charakteristik die Bezeichnung einführen: Bruchbild des betreffenden Kornes (oder Zerkleinerungsbild des betreffenden Ausgangsmaterials) durch die und die Art Einwirkung (oder Zerkleinerung) hervorgerufen, indem wir zugleich als Einheit für Korngröße hier die größte Korngröße in dem entstandenen Produkt wählen. Wir wollen nun annehmen, daß bei den hiernach in Betracht kommenden Zerkleinerungsarten für jedes Bruchbild gilt, daß dieses unabhängig von der Korngröße im ursprünglichen Produkt ist. Dieses Gesetz — das zwanglos gesprochen dadurch ausgedrückt werden kann, daß das Zerkleinerungsergebnis, welches durch Zerteilung eines großen Kornes (Größe  $k_2$ ) entsteht, mit dem Zerkleinerungsergebnis, welches durch Zerteilung eines kleineren Kornes (Größe  $k_1$ ) entsteht, statistisch gemessen, ähnlich ist im Verhältnis  $k_2/k_1$ , wenn im übrigen die Umstände bei der Zerkleinerung die gleichen waren — steht und fällt wohl logisch mit der Zulässigkeit, die festen Körper hier als homogene Kon-

tinua aufzufassen. Indessen wird bemerkt, daß die experimentelle Begründung des Gesetzes keineswegs so einfach ist. So ist es nicht hinreichend, z. B. Produkte zu untersuchen, die durch Zerkleinerung von Ausgangsmaterialien von verschiedener Korngröße auf dem gleichen Walzwerk mit einer nach der Korngröße des Ausgangsmaterials eingestellten Spaltweite entstanden sind, indem hier sowohl der Durchmesser der Walzen als auch deren Umfangsgeschwindigkeit mitbestimmend sein können. Wir wollen indessen eine angenäherte Gültigkeit des oben genannten Gesetzes innerhalb des hier in Betracht kommenden Korngrößenbereiches voraussetzen; ebenso wollen wir voraussetzen, daß die Bruch hervorrufenden Einwirkungen bei den hier benutzten Maschinen annähernd als die gleichen gerechnet werden können. Weiter wollen wir die Bezeichnung: Zerkleinerungsbild eines (aus ursprünglich annähernd gleich großen Körnern bestehenden) Produkts auch für solche Produkte anwenden, bei denen die Zerkleinerung weiter durchgeführt ist, als es einem einzelnen Bruch der ursprünglich vorhandenen Körner entspricht. Wir können nun folgenden Satz beweisen:

Sobald ein Ausgangsmaterial von annähernd gleich großen Körnern stufenweise (d. h. zuerst werden die größten Körner zerteilt, danach die nächstgrößten und so weiter, bis der gewünschte Zerkleinerungsgrad erreicht ist) und nach gleichem Prinzip zerteilt wird, wird die Bedingung dafür, daß das Zerkleinerungsbild hier dasselbe bleiben soll wie das bei der ersten Zerkleinerungsstufe entstandene, sein, daß dieses eine gerade Linie durch den Anfangspunkt ist. Dies folgt unmittelbar daraus, daß die Funktionalgleichung

$$c C(k) = C(ck),$$

wo  $c$  eine Konstante ist, nur befriedigt wird von der Funktion

$$C(k) = c'k,$$

wo  $c'$  eine neue Konstante ist.

Nun scheint es indessen, vgl. die vom Walzwerk stammenden Resultate, daß das Bruchbild bei Anwendung des reinen Druckes in mehr oder minder hohem Grade gerade die oben erwähnte gerade Linie ist, und man versteht daher unmittelbar, daß der Kurvenverlauf bei den mit dem Backenbrecher zerkleinerten Produkten, bei denen die Zerteilung gerade stufenweise vor sich gegangen ist, im wesentlichen derselbe ist wie beim Walzwerk. Man sieht gleichzeitig, daß die Lage des Inflexionspunktes unmittelbar unter dem oberen waagerechten Verlauf der Kurve auch hier im großen und ganzen einer Korngröße



entspricht, die gerade die angewandte Spaltweite (18 mm) passieren kann.

Vergleichen wir nunmehr nach den oben gestellten Voraussetzungen die Zerkleinerungsergebnisse vom Walzwerk und dem Backenbrecher mit den bei der Schlag- und Kugelmühle gefundenen, so ist hierbei zu erinnern, daß das Mahlgut bei den letzten beiden nicht systematisch entfernt wird, sobald die Korngröße unter einen gewissen Wert gesunken ist. Hier wird daher auch die stufenweise Unterteilung nicht systematisch vor sich gehen, so daß alle Körner von einer gewissen Größe, vor allem Körner, die kleiner als diese Größe sind, zerteilt werden. Vorausgesetzt, daß das Bruchbild der einzelnen Körner bei dem Schlag der Schlagnasen bzw. dem der Kugeln nichts anderes ist als bei dem Druck der Walzen oder Backen, ist unmittelbar einzusehen, daß das Zerkleinerungsbild für von der Schlag- und Kugelmühle herrührende Produkte wie eine krumme Linie über dem Zerkleinerungsbild der vom Backenbrecher und Walzwerk herrührenden Produkte verlaufen muß. Es ist gleichzeitig ersichtlich, daß eine Reibung, die offenbar stets an die Vermahlung auf der Kugelmühle und besonders auf der Schlagmühle geknüpft ist, diesen Kurvenverlauf nur noch mehr hervorheben wird.

Wie man sehen wird, zeigen die Resultate der kugelmühlvermahlenen Produkte keine Übereinstimmung mit dem von Martin aufgestellten Gesetz (the compound interest law) für die Verteilung der Kornanzahl auf die verschiedenen Korngrößen in solchen Produkten. Dies ist dargestellt in Fig. 24, wo die ausgezogene Kurve die für kugelmühlvermahlenen Quarzsand gefundene Charakteristik angibt, während die punktierte den Verlauf der Charakteristik angibt, die, das oben erwähnte Gesetz befriedigend, die  $k_1 = 72\mu$  und  $k_2 = 144\mu$  entsprechenden  $C(k)$ -Werte mit der gefundenen gemeinsam hat. (Vgl. hiermit das auf S. 378 Hervorgehobene.) Die Wahl anderer gemeinsamer Punkte gibt auch keine bessere Annäherung. Daß die Erklärung dieser Nichtübereinstimmung darin liegen sollte, daß die von mir benutzte Mühle etwas kleinere Dimensionen, etwas kleinere Kugeln und einen etwas anderen Füllungsgrad (entsprechend einer etwas längeren Mahlzeit) hatte als die von Martin angewandte, kommt mir wenig wahrscheinlich vor. Hinreichende Erklärung für eine solche Nichtübereinstimmung finden wir dagegen in der Mangelhaftigkeit der von Martin benutzten und nach meiner Meinung unglücklich gewählten Meßmethoden, indem der hiernach der Messung zugängliche Korngrößenbereich sehr klein ist, wie auch die Meßunsicherheit, wie rein empirisch aus den angegebenen experimentellen Daten hervorgeht, hier sehr groß ist.

Mit Hinsicht auf die von Martin<sup>32)</sup> S. 75 aufgestellte Erörterung des compound interest law kommt es mir wenig wahrscheinlich vor, daß Körner bei stufenweiser Zerkleinerung in eine bestimmte Anzahl kleinerer Körner resultieren sollten, jedesmal das konstante Stück ( $d_1 - d_2$ ) kleiner als das ursprüngliche Korn, dementsprechend, daß ein Korn von der Größe ( $d_1 - d_2$ ) zu einer bestimmten Anzahl Körner von der Größe Null zerteilt werden soll. Endlich scheint es mir, daß Martin ganz vergißt, daß ein Korn, indem es Ursprung für andere, kleinere Körner wird, selbst verschwindet.

Da bei den übrigen kugelmühlevermahlenen Produkten eine wesentlich bessere Übereinstimmung mit the compound interest law nicht gefunden wurde, so ist offenbar kein Grund vorhanden, dieses aufrechtzuerhalten.

Es war mir nicht möglich, für den früher hervorgehobenen geradlinigen Kurvenverlauf einen besonderen physikalischen Grund anzugeben, und empirische Gleichungen für die gefundenen Charakteristiken aufzustellen, dazu sehe ich auf Grund der vorliegenden Untersuchung keine Veranlassung. Sollte bei besonderen Gelegenheiten Bedarf für solche vorhanden sein, so werden diese jederzeit mit der Genauigkeit, die die betreffende Absicht diktiert, aufgestellt werden können.

Aus den Resultaten der kugelmühlevermahlenen Produkte scheint hervorzugehen, daß die Repräsentation der kleinsten Korngrößen (d. h.  $k < \text{etwa } 0,5\mu$ ) größer ist, als sowohl Podszus<sup>54)</sup> als auch Fischer<sup>16)</sup> vermuten. Es ist möglich, daß die von Podszus erhobenen Einwände gegen Nernsts Reaktionsgleichung<sup>12)</sup> hiernach fortfallen müßten. (Diese Verhältnisse werden in der nächsten Zeit Gegenstand von Untersuchungen sein.)

Mit Bezug auf Frage 3 scheint eine Beantwortung hier keineswegs einfach zu sein, indem weder Härte noch Struktur auf einfache Weise mit den gefundenen Resultaten variieren. Es ist interessant, daß sich bei den amorphen Stoffen Flint und Glas eine gewisse Ähnlichkeit mit den Resultaten für den ausgeprägt großkristallinen Feldspat vorfindet. Ebenso wie sich bei diesen drei Stoffen ein typisch geradliniger Verlauf der Charakteristiken bei den auf dem Walzwerk und Backenbrecher zerkleinerten Produkten findet, so findet sich auch hier ein typisch krummliniger Verlauf bei den auf der Kugel- und Schlagmühle vermahlenen. Weiterhin sieht man, daß die größten Abweichungen von diesem typischen Kurvenverlauf bei den Stoffen gefunden werden, die eine besondere Feinstruktur haben. So sieht man, daß sich beim Eisenglanz (den auf dem Backenbrecher vermahlenen jedoch aus-



genommen) ein Inflexionspunkt (einem Maximum von  $V(k)$  entsprechend) bei Korngrößen von 10 bis  $20\mu$  findet und bei Ziegelstein ein mehr oder minder deutlich hervortretender Knick bei einer Korngröße von etwa  $15\mu$ . Um zu untersuchen, wieweit diese Eigentümlichkeiten mit der Struktur der betreffenden Stoffe in Verbindung gesetzt werden konnten, wurde von einer Eisenglanzprobe ein Anschliff und von einer Ziegelsteinprobe ein Dünnschliff hergestellt, die beide mikroskopisch untersucht wurden. Es zeigte sich, daß die Dicke der einzelnen, beinahe schuppenförmigen Kristallindividuen im Eisenglanz sehr gut mit der obenstehenden Zahl zusammenpaßte, wie auch die Poren im Ziegelstein in der Größe bis herab auf etwa  $20\mu$  variierten. Möglicherweise steht der Kurvenverlauf bei den Ziegelsteinprodukten in Verbindung damit, daß etwa 90 Proz. der benutzten Tonsorte, vgl. S. 409, von geringerer Korngröße als  $15\mu$  waren. Wie man sieht, sind in dem auf dem Backenbrecher zerkleinerten Eisenglanz die aller kleinsten Korngrößen auffallend reichlich repräsentiert. Dies hat wahrscheinlich seine Erklärung in der langen Mahlzeit (vgl. S. 412), die hier notwendig war, und während der eine Teil des Stoffes durch die Reibung der Mahlflächen abgenutzt wurde bis zu einem außerordentlich feinen Pulver.

Wie man sieht, ist es kaum geglückt, aus den gefundenen Resultaten generelle Schlüsse betreffend Frage 3 zu ziehen. Nicht einmal das naheliegende Gesetz, daß auf eine Ähnlichkeit im Zerkleinerungsergebnis zweier Stoffe, die mittels derselben Methode zerkleinert sind, auch eine Ähnlichkeit im Zerkleinerungsergebnis derselben zwei Stoffe bei anderen Methoden folgt, ist generell bekräftigt worden.

Mit Bezug auf Frage 4 ist in der vorliegenden Arbeit rein gelegentlich versucht worden Licht zu schaffen, indem in der letzten Kolonne in den tabellarischen Angaben der Versuchsergebnisse das Verhältnis zwischen den gemessenen Korngrößen und den entsprechenden Mittelmaschenweiten aufgeführt worden ist. Dieses Verhältnis scheint so konstant zu sein, wie man sowohl aus den verschiedenen Siebumständen als auch aus der Unregelmäßigkeit in den Geweben der angewandten Siebe erwarten kann. Da jene mit abnehmender Maschenweite zunimmt, sieht man, daß das Verhältnis  $k/D_m$  hier steigen muß. Hiermit stimmt denn auch die plötzliche Steigung des Verhältnisses bei Sieb Nr. 200, wo die Unregelmäßigkeit besonders groß wurde, überein. Daß in den allergrößten Siebfraktionen besondere Abweichungen vorhanden sind, ist ganz natürlich, indem hier besondere Umstände mitwirken. Man kann also sagen, daß bei den vorgenommenen Untersuchungen nichts gefunden wurde, was darauf hindeutet, daß

die Kornform in zerkleinerten Produkten mit der Korngröße innerhalb des gleichen Produktes variiert.

Mit Bezug auf Frage 5 ist zu bemerken, daß es durch unmittelbare Betrachtung leicht zu beobachten war, daß die gröberen Körner der auf der Schlagmühle vermahlenen Produkte wesentlich mehr abgerundet waren als die Körner von entsprechender Größe in den auf dem Backenbrecher und Walzwerk zerkleinerten Produkten. Dies stimmt damit überein, daß das Verhältnis  $k/D_m$  durchgehend am größten bei der Schlagmühle ist. Wie man weiterhin sieht, ist dieses Verhältnis durchgehend am größten bei Ziegel, wo die Körner besonders abgerundet waren, und am kleinsten bei Glas, wo die Körner besonders splittrig waren.

Mit Bezug auf Frage 6 wurde bei der vorliegenden Arbeit nichts ihrer Beleuchtung erzielt.

### Nachtrag.

Ich beabsichtige, dieser hiermit abgeschlossenen Arbeit weitere verwandte Untersuchungen folgen zu lassen. So werde ich versuchen, verschiedene wichtige Produkte wie Zement und Kohlenstaub in die hier beschriebene Untersuchungsmethode hineinzuziehen. Ferner ist eine besondere Untersuchung über die Arbeitsweise der Flintkugelmühle bei der Feinvermahlung geplant. Bei dieser Untersuchung wird die Königl. Porzellanfabrik in Kopenhagen mir behilflich sein.

Endlich sind einige Untersuchungen über die Reaktionsgeschwindigkeit in Systemen mit festen Körpern auf Grund der Dispersoidanalyse in Vorbereitung.

### Zusammenfassung.

In der vorliegenden Arbeit wird hervorgehoben, daß eine befriedigende Charakterisierung eines zerkleinerten Produkts die Mittel darbieten muß, die notwendig sind, um zu entscheiden, in wie hohem Grade die Vorteile, die durch Zerkleinerung erreicht werden, vorhanden sind. Dann wird gezeigt, daß die Angabe einer einzelnen Zahlengröße, z. B. der durch Zerkleinerung entstandenen Oberflächenvergrößerung pro kg Stoff, im allgemeinen eine unzureichende Charakterisierungsart ist, wohingegen Auskunft darüber, wie sich die Stoffmenge in dem zerkleinerten Produkt auf die verschiedenen Korngrößen verteilt, eine wesentlich bessere Beurteilungsgrundlage gibt. Danach wird eine kritische Besprechung der zur Verfügung stehenden Untersuchungsmethoden vorgenommen, die darauf hinausläuft, daß eine Charak-



terisierung wie die oben angegebene am besten durch Anwendung von Siebung, nasse Schlämmung und Sedimentation zuwege gebracht wird.

Es wird darauf eine Reihe von Problemen (S. 368) formuliert, deren Beantwortung mit der Durchführung einer solchen Charakterisierungsweise zusammenhängt, wonach durch eine mathematische Untersuchung eine Reihe von Begriffen festgelegt wird, wie die Korngröße  $k$  (d. h. die Kantenlänge des Würfels, der dasselbe Volumen wie das betrachtete Korn hat) — die Durchschnittskorngröße  $k_m$  einer Kornfraktion (d. h. die Größe des Korns, dessen Volumen gleich der Mittelzahl der Volumina der in die Fraktion gehörigen Körner ist;  $k_m$  wird hiernach die auf Grund der Wägung und Zählung berechnete mittlere Korngröße) — nebst dem Zerkleinerungsgrad  $Z$  eines zerkleinerten Produktes. Weiterhin wird eine Reihe von Funktionen definiert, nämlich: 1. die Gewichtscharakteristik (oder schlechthin Charakteristik)  $C(k)$  eines zerkleinerten Produkts (d. h. eine Kurve, die die Stoffmenge angibt — ausgedrückt als Bruchteil der ganzen betrachteten Stoffmenge —, die von kleinerer Korngröße ist als  $k$ , als Funktion von  $k$ ). Diese dominierende Bezeichnung ist gewählt worden, weil die Funktion  $C(k)$  auch in meßtechnischer Hinsicht besonders primär und zugänglich dasteht. 2. Die Gewichtsverteilungskurve oder schlechthin Verteilungskurve  $V(k)$  eines zerkleinerten Produkts, wo  $V(k) = C'(k)$ . 3. Die Oberflächencharakteristik  $O(k)$  eines zerkleinerten Produkts, 4. dessen Oberflächenverteilungskurve  $O'(k)$ , 5. dessen Kornanzahlcharakteristik  $N(k)$ , 6. dessen Kornanzahlverteilungskurve oder Häufigkeitskurve  $N'(k)$  und 7. dessen Sedimentationskurve  $P(t)$ . Zugleich werden Beziehungen zwischen diesen Funktionen abgeleitet, und es ist ferner gezeigt worden, wieso man von diesen ausgehend imstande ist, z. B. die Oberfläche und die Kornanzahl einer Kornfraktion mit angegebenen Grenzen nebst der Durchschnittskorngröße in ihr zu berechnen.

Die so abgeleiteten Beziehungen werden dann auf ein paar spezielle Fälle angewandt: 1. Es wird vorausgesetzt, daß die Stoffverteilung auf die Korngröße innerhalb eines gewissen Intervalles dieselbe ist (d. h.  $V(k)$  konstant) (the product is evenly graded by weight). Diese Voraussetzung wird, wie später die experimentellen Untersuchungen zeigen, annähernd bei den aus gewöhnlichen, zerkleinerten Produkten entnommenen Kornfraktionen erfüllt sein, und es wird daher hier natürlich sein, als Ausdruck für die Durchschnittskorngröße anzuwen-

den:  $k_m = \sqrt[3]{2 \frac{k_1^2 k_2^2}{k_1 + k_2}}$ , und für den Zerkleinerungsgrad  $Z$  (d. h. den surface factor) der betreffenden Fraktion:  $Z = \frac{1 \cdot k_2 - 1 \cdot k_1}{k_2 - k_1}$ , wohingegen das von Mellor angegebene mean (Formel 2) weniger zweckmäßig sein wird als Ausdruck für  $d_m$  (entsprechend  $k_m$ ) und prinzipiell verkehrt bei der Berechnung von surface factors. 2. Es wird vorausgesetzt, daß für die Häufigkeitskurve das von Martin hervor gehobene Gesetz (the compound interest law) gilt.

Bei der experimentellen Untersuchung wurde beabsichtigt, die Charakteristiken für eine Reihe typischer Substanzen zu bestimmen ([Quarzsand,] Feldspat, kalzinierter Flint, Glas, Ziegelsteine, Baryt und Eisenglanz), zerkleinert auf einer Reihe typischer Mühlen (Backenbrecher, Walzwerk, Schlagmühle, Kugelmühle mit Stahlkugelfüllung, trockene Vermahlung, und dieselbe Mühle mit Flintfüllung, nasse Vermahlung). Es war hier der leitende Gedanke, in größtmöglichem Umfang folgende Wünsche zu erfüllen: 1. Daß die Stoffmenge überall direkt auf die Korngröße und nicht auf Maschenweiten, Schlämmschwindigkeiten oder dergleichen hingeführt wird. 2. Daß die Meßunsicherheit in dem ganzen untersuchten Korngrößenbereich soweit wie möglich dieselbe bleibt für alle Korngrößen. Der Begriff Meßunsicherheit ist in dieser Verbindung näher erläutert in Abschnitt IID 1. 3. Daß die angewandten Methoden in solcher Weise aneinander angepaßt werden, daß die für die Siebung ursprünglich aufgenommene Stoffprobe sich auch für die folgende Schlämm- und Sedimentationsuntersuchung verwenden läßt. — Es wurde versucht, die angewandten Meßmethoden so zu wählen und auszuarbeiten, daß deren Unsicherheit soweit möglich 3 Proz. nicht übersteigt, was der Genauigkeit, mit der man allgemein eine Siebanalyse durchführen kann, entspricht. Es wird gezeigt, daß eine Untersuchung über die feineren Korngrößen der Produkte auf der gewöhnlich benutzten Grundlage einer Bestimmung der Sedimentationskurve hiernach ausgeschlossen ist.

Bei den experimentellen Untersuchungen wurde zuerst ein Verfahren zur Bestimmung der Durchschnittskorngröße in einer Kornfraktion ausgearbeitet. Demnach wird eine passende Stoffmenge abgewogen, die dann homogen in Glyzerin aufgeschlämmt und auf diese Weise in eine große Zählkammer ausgestreut wird, von deren Bodenfläche ein bekannter Bruchteil abgezählt wird (eventuell unter Anwendung des Mikroskops), nachdem die aufgeschlämmten Körner sich abgesetzt haben. Die Methode ist besonders anwendbar im Korngrößenbereich 0,5—0,01 mm, und sie füllt so eine Lücke in den auf der Grund-



lage der Abzählung und Wägung früher angewandten Bestimmungsarten aus. Die Methode ist ferner schnell, und die Meßunsicherheit beläuft sich in der Regel auf nicht über 1—2 Proz., wohingegen die sorgfältigsten der in diesem Korngrößenbereich bisher angewandten Methoden (Ausmessung der betreffenden Körner) oft mit einer Unsicherheit von z. B. 15 Proz. behaftet sind.

Weiterhin wurde untersucht, wie man sich am besten vollständige Dispersion in wässrigen Aufschlämmungen der angewandten Stoffe sichern kann, indem eventuell ein passender Elektrolyt als Peptisator benutzt wird. Auf Grund von Sedimentationsversuchen im Reagenzglas wurde konstatiert, daß bei den Stoffen Quarzsand, Feldspat, Flint und Glas kein Elektrolyt, dagegen bei den Stoffen Ziegelstein und Baryt eine passende Menge normalen Kaliumzitrats und beim Eisenglanz eine passende Menge Natriumarsenits nötig war.

Endlich ist es geglückt, eine kombinierte Sieb-, Schlämm- und Sedimentationsmeßmethode auszuarbeiten, die es ermöglicht, daß die für die Siebanalyse ursprünglich aufgenommene Stoffmenge bei den weiteren Untersuchungen benutzt werden kann. Das bei der Siebung angewandte Verfahren ist ausgearbeitet auf Grund einer vom Verfasser früher ausgeführten Untersuchung<sup>3)</sup>, indem bei den feineren Sieben zur Bekämpfung der hier auftretenden Verstopfung dem Siebgut kleine Nägel zugesetzt werden. Es wird später gezeigt, daß ein solcher Zusatz von Nägeln nicht imstande ist, weitere Zerkleinerung hervorzurufen und dadurch Fehler in die bei der weiteren Untersuchung erhaltenen Resultate einzuführen. Die benutzten Siebe waren so ausgewählt, daß deren Maschenweiten von etwa 0,08 mm nach einer angenäherten Quotientreihe mit dem Quotient 1,5 wuchsen.

Bei der Ausarbeitung der Schlämmethode wurden die Bedingungen für wirbelfreie Strömungsverhältnisse erst näher untersucht, und es ist hiernach gelungen, Serienschlämmung in Anwendung zu bringen (ein besonders schnelles Verfahren, vor dem Schöne gewarnt hat). Es wird weiter hervorgehoben, daß man als Schlämmgeschwindigkeit in Berechnungen nicht immer die Strömungsgeschwindigkeit im zylindrischen Teil des Trichters einsetzen darf, sondern einen nach der Länge dieses Teils und der angewandten Wassermenge korrigierten Wert. Der hergestellte Schlämmapparat bestand aus drei Trichtern von annähernd gleichem Volumen, aber mit Durchmessern, die so wuchsen, daß die Fraktionierung des untersuchten Produkts hier nach der bei den Sieben festgelegten Stufenreihe fortgesetzt werden konnte. Auf diese Weise wurde es möglich, die Schlämmung bis herab zu so kleinen Korngrößen

durchzuführen, daß Stokes' Gesetz Gültigkeit für Körner in der zwischen den beiden kleinsten Schlämmgeschwindigkeiten herausgenommenen Fraktionen bekam.

In jeder der durch Siebung oder Schlämmung erhaltenen Stofffraktionen wurde eine Bestimmung der Durchschnittskorngröße vorgenommen, und auf Grund der so bestimmten Werte für  $k_m$ , in Verbindung mit den Gewichten der betreffenden Fraktionen, wurde es möglich, unter Benutzung des in der mathematischen Untersuchung berechneten Ausdrucks für  $k_m$  die Charakteristik des untersuchten Produkts aufzuzeichnen.

Bei den ausgearbeiteten Sedimentationsmeßverfahren wurde es ermöglicht, die bei der Schlämmanalyse entstandene, aus den feinsten Bestandteilen der ursprünglichen Stoffprobe bestehende Aufschlammung direkt anzuwenden. Das neue Verfahren geht darauf hinaus, daß man die Stoffkonzentration in einer gewissen Tiefe der Aufschlammung als Funktion der Zeit bestimmt. Aus den auf diese Weise erhaltenen Resultaten, in Verbindung mit der Anwendung von Stokes' Gesetz (Formel 3) (in welchem die Konstante ausgehend von der Messung der Korngröße in der zwischen den beiden kleinsten Schlämmgeschwindigkeiten entnommenen Fraktion bestimmt ist), bekommt man unmittelbar die der übergeschlammten Stoffmenge entsprechende Charakteristik. Die Untersuchung konnte auf diese Weise herab bis zu einer Korngröße von nahezu  $0,1 \mu$  durchgeführt werden.

Es ist zu erwarten, daß die so ausgearbeiteten Methoden auch bei der Untersuchung anderer zerteilter Produkte, z. B. bei der mechanischen Erdbodenanalyse, Bedeutung gewinnen können.

Nach einer Beschreibung der angewandten Stoffe und der näheren Umstände bei deren Zerkleinerung werden die durch die Untersuchung erhaltenen Daten teils tabellarisch, teils in graphischer Darstellung angegeben, indem zugleich über ihre Zuverlässigkeit Rechenschaft gegeben wird.

Schließlich wurde untersucht, in wie hohem Grad die gefundenen Resultate imstande sind, die auf S. 368 gestellten fundamentalen Fragen zu beantworten. Hierbei wurde folgendes erhalten:

Es findet sich bei zerkleinerten Produkten keine allgemeine Gesetzmäßigkeit bei der Verteilung der Stoffmenge auf die verschiedenen Korngrößen, indem diese sowohl mit der Zerkleinerungsart als auch mit dem Stoff variiert.

Danach wird näher erörtert, wie eine Kenntnis verschiedener Verhältnisse das Bruchphänomen betreffend notwendig wird, um einen



analytischen Vergleich zwischen den bei verschiedenen Zerkleinerungsarten erhaltenen Charakteristiken ziehen zu können. Hier sind die Begriffe aufgestellt: das Bruchbild eines Korns und das Zerkleinerungsbild eines Produkts, und es ist als plausibel hervorgehoben, daß das Bruchbild eines Korns unabhängig von dessen Größe ist, wenn im übrigen die den Bruch hervorrufenden Einwirkungen jedesmal von derselben Art sind. Bei den auf dem Backenbrecher und Walzwerk zerkleinerten Produkten wurden Charakteristiken gefunden, die sich mehr oder weniger der geraden Linie durch den Anfangspunkt nähern, während bei den auf der Schlag- und Kugelmühle vermahlenden Produkten Charakteristiken gefunden wurden mit einem gebogenen Verlauf, mit abwärts gewandter Konkavität. Es wird versucht, diesen Unterschied dadurch zu erklären, daß der Stoff bei den beiden ersten Zerkleinerungsmaschinen systematisch entfernt wird, wenn die Korngröße unter eine gewisse Grenze gesunken ist, während dies bei den beiden letzten nicht der Fall ist.

Es wurde gleichzeitig gezeigt, daß bei kugelmühlevermahlenden Produkten kein Grund vorhanden ist, das von Martin aufgestellte Gesetz, the compound interest law, aufrechtzuerhalten, und es wird vermutet, daß die Ursache zur Entstehung dieses Gesetzes darin zu suchen ist, daß die bei den betreffenden Untersuchungen angewandten (nach meiner Meinung unglücklich gewählten) Meßmethoden teils nur in einem recht kleinen Korngrößenbereich gebraucht werden könnten, teils, was rein empirisch aus den experimentellen Daten hervorgeht, mit großer Unsicherheit behaftet sind.

Bei den Untersuchungen ist nichts zum Vorschein gekommen, was darauf hindeutet, daß die Kornform in einem zerkleinerten Produkt mit der Korngröße variiert.

(Die Untersuchungen werden fortgesetzt.)

### Verzeichnis der angewandten Literatur.

1. Allen, Phil. Mag. V, **50**, 323 (1900).
2. Andreasen, Ingeniøren **35**, 156 (1926).
3. Andreasen, Sprechsaal **60**, 515 (1927).
4. Andreasen, Sprechsaal **60**, 869 (1927).
5. Arnold, Phil. Mag. VI, **22**, 775 (1911).
6. Ashley u. Emley, Ind. and Eng. Chem. **3**, 87 (1911).
7. Atterberg, Landbruksakad. Handl. o. Tidskr. (1908), 365.
8. Bauer, Ber. d. Deutsch. Ker. Ges. **5**, 122 (1924).
9. Biltz, Ber. d. Deutsch. Chem. Ges. **37**, 3138 (1904).
10. Boselli, Compt. rend. de l'Acad. des Sciences **152**, 133 (1911).
11. Brigg, Bihang till Jern-Kontorets Annaler (1917), 175.

12. Brunner u. Nernst, Zeitschr. f. physik. Chem. **47**, 52, 56 (1904).
13. Bureau of Standards, Circ. **33**, **74** (1924).
14. Crowther, Journ. Amer. Cer. Soc. (Cer. Abstr.) **10**, 246 (1927).
15. Deutsche Industrie-Normen Nr. 1171 (1926).
16. Fischer, Technologie des Schneidens, Mischens u. Zerkleinerns (1920), 247.
17. Fischer, Engineering Progress. **7**, 276 (1926).
18. Green, Journ. Franklin Inst. **192**, 637 (1921).
19. Guttman, Zement **15**, 185 (1926).
20. Harkort, Ber. d. Deutsch. Ker. Ges. **8**, 6 (1927).
21. Hedvall, Zeitschr. f. physik. Chem. **123**, 33 (1926).
22. Hulett, Zeitschr. f. physik. Chem. **37**, 385 (1901).
23. Jennings, Thomas u. Gardener, Soil Science **14**, 485 (1922).
24. Johnson, Soil Science **16**, 363 (1923).
25. Jones, Zeitschr. f. phys. Chem. **82**, 448 (1913).
26. Kelly, Ind. and Eng. Chem. **16**, 928 (1924).
27. Koehler, Journ. Amer. Cer. Soc. **9**, 437 (1926).
28. Koehler u. Mathews, Journ. Amer. Chem. Soc. **46**, 1161 (1924).
29. Krauss, Intern. Mitt. f. Bodenk. **13**, 147 (1923).
30. Kühn, Zeitschr. f. angew. Chem. **28**, 126 (1915).
31. Lamb, Lehrb. d. Hydrodynamik (1907), 682.
32. Martin, Blyth u. Tongue, Transact. of Cer. Soc. **23**, 61 (1923).
33. Martin, Bowes u. Christelow, Transact. of Cer. Soc. **25**, 51 (1925).
34. Martin, Bowes u. Turner, Transact. of Cer. Soc. **25**, 63 (1925).
35. Martin u. Watson, Transact. of Cer. Soc. **25**, 226 (1925).
36. Martin, Transact. of Cer. Soc. **25**, 242 (1925).
37. Martin, Transact. of Cer. Soc. **26**, 45 (1926).
38. Mellor, Transact. of Cer. Soc. **9**, 94 (1910).
39. Mittag, Ullmann, Enzykl. d. techn. Chem. (Zerkleinerung) (1923).
40. Moore, Transact. of Cer. Soc. **20**, 112 (1920).
41. Naske, Zerkleinerungsvorrichtungen u. Mahlanlagen (1926), 46.
42. Nickerson, Journ. Amer. Cer. Soc. **6**, 563 (1923).
43. Noyes u. Whitney, Zeitschr. f. physik. Chem. **23**, 689 (1897).
44. Nöbel, Zeitschr. f. anal. Chem. **3**, 89 (1864).
45. Odén, Koll.-Zeitschr. **18**, 45 (1916).
46. Odén, Koll.-Zeitschr. **26**, 100 (1920).
47. Odén, Tekn. Tidskr. (Kemi o. Bergvetenskap) **55**, 65 (1925).
48. Odén, Tekn. Tidskr. (Kemi o. Bergvetenskap) **56**, 69 (1926).
49. Wi. Ostwald, Zeitschr. f. physik. Chem. **34**, 495 (1900).
50. Wo. Ostwald u. Hahn, Koll.-Zeitschr. **30**, 62 (1922).
51. Paneth u. Vorwerk, Zeitschr. f. physik. Chem. **101**, 480 (1922).
52. Pearson u. Sligh, Bureau of Standards, Techn. Pap. (1915), 48.
53. Perrot u. Kinney, Journ. Amer. Cer. Soc. **6**, 417 (1923).
54. Podszus, Zeitschr. f. physik. Chem. **92**, 227 (1918).
55. Podszus, Sprechsaal **50**, 79 (1917).
56. Robinson, Journ. Agricult. Science **12**, 306 (1922).
57. Rosin u. Rammler, 5. Berichtsfolge des Kohlenstaubausschusses des Reichskohlenrates.
58. Schöne, Bull. de la Soc. des Naturalistes de Moscou **40** (1), 324 (1867).
59. Schurecht, Journ. Amer. Cer. Soc. **4**, 812 (1921).
60. Sekera, Koll.-Zeitschr. **31**, 137 (1922).
61. Smoluchowski, On the practical applicability of Stokes' Law ..., Intern. Congr. of Mathematicians, Cambridge (Aug. 1912).
62. Stephenson, Transact. of Cer. Soc. **26**, 59 (1926).



63. Stutz u. Pfund, Ind. and Eng. Chem. **19**, 51 (1927).
64. Svedberg, Kolloidchemie (1925), 140.
65. Svedberg, Zeitschr. f. physik. Chem. **127**, 51 (1927).
66. Tammann, Zeitschr. f. anorg. Chem. **149**, 21 (1925).
67. Traube u. Nishizawa, Koll.-Zeitschr. **32**, 393 (1923).
68. Tuorila, Kolloidchem. Beih. **26**, 1 (1927).
69. Werner, Transact. of Faraday Soc. **21** (2) (1925).
70. Wiegner, Landw. Vers.-Stat. **91**, 41 (1921).
71. Wig u. Pearson, Bureau of Standards, Techn. Pap. Nr. 29 (1913).
72. Wolf, Sprechsaal **58**, 615 (1925).
73. Wolff, Zeitschr. f. angew. Chem. **35**, 138 (1922).
74. Zunker, Landw. Jahrb. **58**, 159 (1923).

