

PRZEMYSŁ CHEMICZNY

ORGAN CHEMICZNEGO INSTYTUTU BADAWCZEGO I POLSKIEGO TOWARZYSTWA CHEMICZNEGO
WYDAWANY Z ZASIŁKIEM WYDZIAŁU NAUKI MINISTERSTWA WYZNAŃ RELIGIJNYCH I OŚWIECENIA PUBLICZNEGO

ROCZNIK XVII

PAŹDZIERNIK 1933

X

REDAKTOR: PROF. DR. KAZIMIERZ KLING

SEKRETARZ: DR. LECH SUCHOWIAK



Pan Prezydent Rzeczypospolitej Ignacy Mościcki w otoczeniu Kuratorów i Członków Wydziału Czynnego Chemicznego Instytutu Badawczego zgromadzonych w bibliotece Instytutu.

Siedzą od lewej: Inż. Antoni Lewalski, Dyr. Dr. Stefan Ossowski, Dyr. inż. Eugenjusz Kwiatkowski,
Pan Prezydent Rzeczypospolitej,

Gen. Dyr. inż. Aleksander Ciszewski, Nacz. Dyr. inż. Piotr Markiewicz, inż. Szymon Rudowski.

Stoją od lewej: Prof. Dr. Wojciech Świętosławski, inż. Czesław Benedek, gen. bryg. inż. Aleksander Litwinowicz,
Dyr. Dr. Zenon Martynowicz, em. gen. Józef Czikiel, Doc. Dr. Ludwik Wasilewski, Prof. Dr. Kazimierz Kling.



Sprawozdanie

z posiedzenia Kuratorjum Chemicznego Instytutu Badawczego

Dnia 28 września odbyło się posiedzenie Kuratorjum Chemicznego Instytutu Badawczego.

W posiedzeniu, które zaszczylił swoją obecnością Pan Prezydent Rzeczypospolitej Ignacy Mościcki, wzięli udział panowie Kuratorzy Instytutu: Przewodniczący inż. Eugenjusz Kwiatkowski b. minister, naczelny dyrektor zjednoczonych fabryk Związków Azotowych w Chorzowie i Mościcach, inż. Czesław Benedek,

dyrektor Państwowej Fabryki Związków Azotowych w Chorzowie, inż. Aleksander Ciszewski generalny dyrektor Zakładów Hohenlohego w Katowicach, Józef Czikiel em. generał W. P., inż. Antoni Lewalski prezes Rady Nadzorczej S-ki Akc. Zieleniewski, inż. Aleksander Litwinowicz generał brygady, dowódca O. K. Nr. 3, inż. Piotr Bronisław Markiewicz naczelny dyrektor Bezmiennego Towarzystwa Kopalń Węgla w Piaskach, Dr. Stefan Ossowski b.

minister dyrektor Zjednoczenia Elektrowni Okręgu Radomsko-Kieleckiego, inż. Szymon Rudowski naczelnik wydziału przemysłowego województwa śląskiego.

Z ramienia Instytutu wzięli udział w posiedzeniu członkowie Wydziału Czynnego panowie: Dr. Zenon Martynowicz dyrektor Chemicznego Instytutu Badawczego, Dr. Kazimierz Kling profesor Politechniki, Dr. Wojciech Świętosłowski profesor Politechniki, Dr. Ludwik Wasilewski docent Politechniki w Warszawie.

Posiedzenie zagał prezes Kuratorjum b. minister inż. E. Kwiatkowski witając p. Prezydenta R. P. poczem przystąpiono do odczytania porządku dziennego. Po odczytaniu i przyjęciu do wiadomości protokołu z ostatniego posiedzenia przystąpiono do obrad z których szczegółowe sprawozdanie znajduje się poniżej.

Jako pierwszy zabiera głos Dyrektor Dr. Zenon Martynowicz:

Rok 1932 był w rozwoju naszego Instytutu rokiem, w którym nateżenie kryzysowe osiągnęło swoją najwyższą linię. W cyfrach wyraża się to bardzo dużym spadkiem dochodów Instytutu, które z 1 330 000 w r. 1928, 1 026 000 w roku 1930, 802 000 zł. w roku 1931, spadają do minimum w roku 1932, dając sumę wpływów zaledwie w wysokości 531 879,70 zł.

Powodem, dla którego wpływy Instytutu tak gwałtownie spadają, jest ogólne ciężkie położenie gospodarcze zarówno przemysłu, który w poprzednich latach hojnie subwencjonował Instytut — skreślał jednakże przyznawane corocznie subwencje w miarę pogarszania się własnej sytuacji finansowej, jak i instytucyj rządowych, które nie posiadając kredytów ograniczały zadania dawane do rozwiązania Instytutowi, a tem samem zmniejszały przyznawane mu na cele pracy kredyty.

Jednym z najcięższych ciosów dla Instytutu było wygaśnięcie z dniem 31 sierpnia 1932 r. umowy z Górnośląskim Związkiem Przemysłowców Górniczo-Hutniczych, z którego to tytułu pobierał Instytut kwotę 180 000 zł. rocznie. Gdy w dodatku na skutek wewnętrznego przesilenia Górnośląski Związek Górniczo-Hutniczy przesłał istnieć, a „Unja Polskiego Przemysłu Górniczo-Hutniczego”, która na miejsce Związku powstała, nie rozpoczęła jeszcze swych czynności — znalazł się Instytut w sytuacji takiej, że nie było do kogo się zwrócić w sprawie dalszego przedłużenia istniejącej od szeregu lat umowy o dalszą współpracę przemysłu węglowego z Chemicznym Instytutem Badawczym. To też wpływy pochodzące z przemysłu węglowego zawiadły w drugiej połowie roku 1932 zupeł-

nie, a co za tem idzie, nasunęła się konieczność takich przesunięć i oszczędności w gospodarce Instytutu, któreby pozwoliły utrzymać tak dział węglowy, jak i inne działy nadal w dotychczasowych rozmiarach mimo tak poważnie zmniejszonych wpływów.

Poczyniliśmy przeto cały szereg dalszych oszczędności w gospodarce instytutowej — przerwaliśmy wszelkie prace inwestycyjne — wstrzymaliśmy rozpoczęte budowy, ograniczyliśmy dalszy zakup aparatury chemicznej, przeprowadziliśmy dalszą redukcję pracowników administracyjnych, tak fizycznych jak i umysłowych, zmniejszyliśmy nawet wydatki na czasopisma i książki — zarzuciliśmy niektóre z naszych patentów, których wysokie taksy roczne zbyt nas obciążały, a mała ilość lat patentowych nie pozwalała mieć nadziei na możliwość ich realizacji, a w końcu nie cofnęliśmy się nawet przed tak niepopularną oszczędnością, jak redukcja płac pracowników i zmniejszyliśmy pobory zarówno Wydziału Czynnego, jak i wszystkich pracowników umysłowych i fizycznych mniej więcej o 10%, tak że razem z uprzednio zastosowaną obniżką poborów wyniosła ona mniej więcej — 30% poborów.

Wszystkie te razem wzięte oszczędności i czasami drażniące nawet zarządzenia pozwoliły nam jednak przebrnąć przez ten najcięższy okres istnienia Instytutu, okres, w którym prowadziło się całą gospodarkę Instytutu dosłownie z dnia na dzień, bez możliwości ułożenia jakichś bardziej stałych planów na przyszłość. Dzisiaj okres ten jest już poza nami, — przebrnęliśmy go wzmocnieniem niejednym doświadczeniem, usunęliśmy niektóre niedokładności organizacyjne, zreorganizowaliśmy niektóre z działów i stworzyliśmy warunki, które nietylko służyły za podstawę do przetrwania ciężkich czasów ogólnego kryzysu, ale pozwoliły nam w tym tak trudnym okresie na dalsze prowadzenie prac — wierzymy, że z pożytkiem dla Państwa i rodzimego przemysłu.

Bilans Chemicznego Instytutu Badawczego na dzień 31.XII 1932 roku zamykamy kwotą 1 956 739 zł. 14 gr. — niedobór bilansowy w roku sprawozdawczym wynosi 17 615 zł. 83 gr. Mimo trudnej sytuacji finansowej zakupiono w roku sprawozdawczym nieco aparatów oraz uzupełniono bibliotekę, które to pozycje w bilansie figurują w stanie czynnym, zaś w budżecie na odpowiednich kon-tach działowych.

Pod względem budżetowym utrzymaliśmy się w większości w ramach budżetu.

Ogółem wpływy Instytutu zarok sprawozdawczy wyniosły : zł. 531 874,70
Wydatków mieliśmy na sumę zł. 560 274,76
wobec preliminowanych . . . zł. 555 000,00.

RACHUNEK WPŁYWÓW I WYDATKÓW CHEMICZNEGO INSTYTUTU BADAWCZEGO

 na dzień 31.XII.1932 r.
 w stosunku do preliminarza budżetowego na rok 1932.

	Prelimino- wano	Wydatko- wano		Prelimino- wano	Wpły- nęło
Dział I W. Przem. Nieor- ganicznego	70.000,00	13.183,88	Górnośląski Zw. Przem.		
Dział II Węglowy	110.000,00	84.651,23	Górn.-Hutn.	180.000,00	99.945,41
„ III Analityczny	60.000,00	57.102,90	Konwencja Węglowa Krak.		
„ V Metalurgiczny	22.500,00	21.405,35	Dąbrowska	40.000,00	33.335,13
„ VI Mieszanek Spirytusowych	26.500,00	27.963,07	Min. Przem. i Handlu wraz z S. W. W.	100.000,00	117.500,00
Administracja	68.000,00	65.829,83	Państwowy Monopol Spirytusowy	45.000,00	35.000,00
Przemysł Chemiczny	37.500,00	23.406,84	Państw. Fabr. Zw. Azotowych w Chorzowie — współpraca	40.000,00	40.000,00
Utrzymanie samochodów	25.000,00	18.778,02	Analizy i ekspertyzy	40.000,00	26.434,95
Procenty i prowizje	25.000,00	24.199,01	Subwencje i różne wpływy	65.000,00	136.368,91
Utrzymanie domu mieszkal- nego	20.000,00	21.321,21	Prenumerata, ogłoszenia i subw. Przem. Chemicz- nego	15.000,00	22.155,13
Koszty techniczne	16.000,00	5.152,01	Świadczenia i czynsz w do- mu mieszkalnym	20.000,00	20.935,21
Biblioteka	15.000,00	7.276,08	Centrala Dostaw Aparatury	10.000,00	199,96
Koszty patentowe i licencje	15.000,00	3.009,69			
Utrzymanie magazynu	10.000,00	8.118,77			
Konserwacja i amortyzacja budynków i inst.	5.000,00	31.721,30			
Utrzymanie biblioteki	4.500,00	10.403,87			
Splata zadłużenia	25.000,00	—			
Nieobjęte preliminarzem					
Dział IV Naftowy		6.895,89			
„ VII P. W.		109.334,76			
Ruchomości i aparatura na- byta w 1932 r.		3.508,15			
Różnica cen materiałów ma- gazyńowych		11.182,98			
Utrzymanie terenów i ogro- dów na dzień 31.XII 1932 r.		5.829,92			
	zł. 555.000,00	zł. 560.274,76		zł. 555.000,00	zł. 531.874,70
Gotówka w Kasie i Bankach na dzień 31.XII 1933 r.		„ 3.429,25	Gotówka w Kasie i Bankach na dz. 1.I. 1932 r.		„ 8.042,98
			Niedobór budżetowy		„ 23.786,33
	zł. 555.000,00	zł. 563.704,01		zł. 555.000,00	zł. 563.704,01

Poddającemu analizie dochody Instytutu rzuca się w oczy pozycja Górnośląskiego Związku Przemysłowców Górniczo-Hutniczych, gdzie zamiast preliminowanej sumy zł. 180 000,— otrzymaliśmy w okresie sprawozdawczym za czas od 1.I — 1.IX 1933, gdyż do tego tylko czasu niestety obowiązywała umowa zł. 99 945,41.

Mimo usilnych zabiegów z naszej strony nie mogliśmy uzyskać dotacji od Przemysłu Węglowego za ostatnie miesiące roku budżetowego.

W pozycjach budżetowych wydatków Instytutu omówienia podlega pozycja Działu P. W., jako nieobjęta budżetem na rok 1932. Na skutek życzenia S. W. W. Ministerstwa

Przemysłu i Handlu wydatki na badania prowadzone dotychczas w różnych działach Instytutu ześrodkowano w dziale P. W. Wydatki na tym Dziale wyniosły w roku sprawozdawczym sumę zł. 109 334,76. Kwota zł. 6 895,89 zlikwidowanego w roku 1931 Działu Naftowego składa się z wydatków na personel, który jeszcze tamże pozostał w pierwszych miesiącach roku sprawozdawczego oraz amortyzację aparatury Działu. Z innych pozycji nieobjętych preliminarzem wspomnę o różnicy cen materiałów magazynowanych. Ze względu na to, że większość materiałów z magazynu kupowano w okresie dobrej konjunktury, a co za tem idzie i po cenach dość wysokich — poddaliśmy ceny te

w roku sprawozdawczym rewizji i, nie chcąc obciążać różnicą cen działów badawczych, spisałiśmy ją na straty jako samodzielną pozycję.

Jak już na początku mego sprawozdania zaznaczyłem, ciężkie warunki finansowe zmusiły nas do pewnej reorganizacji Instytutu, która dokonała się kosztem różnych wydatków ogólnych Instytutu oraz obniżką poborów pracowniczych, tem nie mniej dokonana w okresie właściwym — pozwoliła nam już w roku bieżącym pracować ze stanem personelu technicznego wyższym niż w okresie najlepszej konjunktury dla Instytutu.

Statystycznie przedstawia się to następująco:

Zestawienie porównawcze stanu personelu Instytutu.

I. Personel techniczny:

bez Centrali Dostaw Aparatury oraz Wydziału Czynnego.

	1929	1932	1933
z wyższym wykształceniem	19	13	19
dypłomanci	2	2	4
z średnim wykształceniem	2	2	3
laboranci	16	17	18

II. Personel administracyjny:

z wyższym wykształceniem	1	1	1
z średnim wykształceniem	14	8	7
służba, palacze, szoferzy i t.d.	11	10	7

Powyższa tabela wykazuje nam, że stan personalny Instytutu, który w okresie najlepszej finansowej konjunktury w roku 1929 wykazywał pracowników technicznych 39, a w okresie najostrzejszego kryzysu spadł do liczby 34, osiągnął w roku bieżącym maksymalny dotychczas stan 44 pracowników działów technicznych przy równoczesnym zmniejszeniu liczby pracowników administracyjnych, których liczba 26 z roku 1929 i 19 z roku 1932 spadła do minimum 15 pracowników w roku 1933.

Reorganizację Instytutu w pierwszym rzędzie rozpoczęliśmy od oddziału instytutu p. n. „Centrala Dostaw Aparatury” która po przeprowadzeniu zmian mimo zmniejszonych obrotów w roku 1932 do zł. 119 000,00 obrotu rocznego nie wykazała żadnego deficytu w tym okresie ostrego kryzysu.

Koszty handlowe zostały zmniejszone z 48% do 19% w stosunku do obrotu.

Zniesienie niektórych nieproduktywnych działów oraz zniesienie wyłącznego handlu sprzętem sprowadzonym z zagranicy, a oparcie się na nowowprowadzonych działach spowodowało, że Centrala Dostaw Aparatury zajęła się dostarczaniem dla przemysłu sprzętu i preparatów, których brak dawał się odczuwać na rynku krajowym. Nowym tym działem jest dział galwanotechniczny (sole i preparaty oraz aparaty do celów galwanotechnicznych) pozwalający na wyrugowanie z ryn-

ku naszego wyrobów obcych. Pionierska ta praca nad samowystarczalnością produkcji krajowej z pomocą fachowców Chemicznego Instytutu Badawczego odda przemysłowi naszemu niewątpliwe usługi.

Dotychczasowe efekty finansowe tego nowego działu wprawdzie nie są jeszcze wydatne (średni obrót miesięczny około zł. 5 000.—) co wynosi około 30% obrotu całkowitego, należy jednak przypuszczać, że wydatne zmniejszenie wydatków handlowych, jakie nastąpiło przy projektowanych zwiększonych obrotach prócz samej nadwyżki bilansowej da jeszcze w efekcie moralny zysk zastępowania produktów i wyrobów obcych wyrobami własnymi.

Kończąc moje sprawozdanie — pozwolę sobie dać wyraz przekonaniu memu, jako też i całego personelu Instytutu, że włożone na nas przez społeczeństwo zadanie staramy się z jak największą dla tegoż społeczeństwa korzyścią w tak ciężkich warunkach finansowych spełnić.

Następnie Profesor Dr. Kazimierz Kling złożył sprawozdanie z prac Działu Analitycznego za rok 1932, uzupełniając je niektórymi szczegółami z okresu za rok bieżący.

W r. 1932 Dział wykazywał jeszcze w dalszym ciągu niedobór, który jednak zmniejszy się w r. 1933 z powodu rozszerzenia agend Działu, zwłaszcza przez przejęcie licznych prac analitycznych, seryjnych z dziedziny badania metali i stopów dla Instytutu Metalurgji i Metaloznawstwa Politechniki Warszawskiej.

W r. 1932 przeanalizowano 660 materiałów i wykonano 17 prac specjalnych typu ekspertyz i t. p. Ogółem wykonano 2019 oznaczeń ilościowych i 233 jakościowych.

W pracach tych, jak zazwyczaj dominują prace badania paliwa z udziałem 21,7%, (w r. 1931 — 21,4%), metale figurują w wysokości 21,5% (w r. 1931 × 4,8%), wody fabryczne i lecznicze w wysokości 12,3% (w r. 1931 — 16%). Resztę przedstawiają prace analityczne dotyczące: minerałów, wyrobów ceramicznych i budowlanych, nawozów sztucznych, chemikaljów różnych, soli galwanotechnicznych, specyfików i t. p.

W ogólnej sumie wpływów partycypowały:

- 1) przemysł — 45,6% (36,7 w r. 1931),
- 2) instytucje państwowe — 36,2% (46,4 w r. 1931),
- 3) instytucje samorządowe — 8,9% (6,8 w r. 1931),
- 4) Chemiczny Instytut Badawczy — 9,3 (10,1 w 1931 r.).

Personel składał się do I.IV 1933 z 2 inżynierów, 3 chemików, 2 laborantów, zaś od I.IV 1933 z powodu rozszerzenia Dzia-

lu analizy metali: z 3 inżynierów, 6 chemików, 2 laborantów.

W roku sprawozdawczym obniżyliśmy w dalszym ciągu ceny jednostkowe, licząc się z psychiką kryzysu, wobec czego oceniamy, iż cennik naszych prac jest około 40% niższy, niż odpowiedni cennik niemiecki, zatwierdzony przez „Verein deutscher Chemiker”.

Nasilenie prac w oddziale analizy metali stale wzrasta, i tak: w kwietniu wykonano 92 oznaczenia, w maju 173, w czerwcu 467, w lipcu — 169, w sierpniu — 535, we wrześniu 529.

W r. 1933 wydatnie zwiększyła się też ilość analiz węglowych na skutek kontraktu zawartego z towarzystwami węglowymi, wedle którego Instytut obowiązany jest do wykonania pewnego stałego kontyngentu analiz.

W dalszym ciągu prof. Dr. Kazimierz Kling złożył również sprawozdanie redakcji „Przemysłu Chemicznego“ za rok 1932:

Aczkolwiek księgowo rok 1932 zamyka się dla „Przemysłu Chemicznego“ wyjątkowo małym, w porównaniu z dotychczasowymi, niedoborem, to jednak okres ten stoi wybitnie pod auspicjami kryzysu. Już od lipca 1931 r. byliśmy zmuszeni wydawać numery podwójne, przechodząc w ten sposób faktycznie z dwutygodnika na miesięcznik. Jeszcze wprawdzie do kwietnia 1932 r. zachowaliśmy podwójną numerację zeszytów, co było wyrazem naszej nadziei na rychły powrót do dawniejszych rozmiarów pisma, ale już w maju zrezygnowaliśmy z utrzymania tej fikcji.

Wobec poważnego skurczenia się objętości pisma, trzeba było zrezygnować z naszego działu sprawozdawczego, tembardziej, że dział ten obciążał nas szczególnie wysokimi honorarjami. Ten dział, co do którego ze sfer czytelników słyszeliśmy najczęstsze żądania o rozszerzenie, a później o wznowienie go, jest — trzeba to wyznać — obecnie ponad nasze siły finansowe. Z doświadczenia dotychczasowego wynieśliśmy to przekonanie, że jedynie konspiracyjne sprawozdania obejmujące „postępy“ w pewnej całej dziedzinie, lub referujące stan pewnego zagadnienia mogą dla nas wchodzić w rachubę na przyszłość, w razie poprawy konjunktury.

Dla odciążenia dalszego finansów „Przemysłu Chemicznego“, zmieniliśmy drukarnię i przechodząc do Drukarni Technicznej, która wobec przejścia naszego na miesięcznik, w tej samej mierze może nas obsłużyć.

Od lutego roku sprawozdawczego skasowaliśmy również zwyczaj wypłacania honorarów za prace oryginalne.

Aby wyrównać nasze możliwości drukowania prac oryginalnych i nie zmuszać autorów do długiego wyczekiwania na druk prac nadesłanych, zwiększyliśmy z końcem roku sprawozdawczego pojemność pisma, przechodząc na druk garmondem bez interlinji oraz petitem amerykańskim, co zwiększyło pojemność pisma w garmondzie zgórą o 20%, a w peticie o prawie 100% przy małym stosunkowo wzroście kosztów.

Mimo tych ograniczeń uważamy, że udało się nam w ciężkich warunkach w roku sprawozdawczym utrzymać pismo na linii spełniania najgłówniejszych funkcji, jakie mu w służbie chemji polskiej przypadły.

W roku sprawozdawczym poparli nasze starania, udzielania nam subwencji, następujący panowie i instytucje:

Dyr. Józef Metzisz zł. 250.—, inż. Z. Lepert zł. 50.—, Dr. A. Tychowski zł. 95.—, Dr. inż. A. Szayna zł. 600.—, Doc. Dr. Konarzewski zł. 422,50, Prof. Iwanowski zł. 70.—, Laboratorjum dla badań cementu Politechniki Warszawskiej zł. 775.—, Biuro propagandy Konsumpcji cukru zł. 70.—, Zakład Technol. Chem. Środków Leczniczych U. W. zł. 70.—.

Z kolei zabrał głos profesor Dr. Wojciech Świętosławski aby złożyć sprawozdanie Działu Węglowego:

Składając sprawozdanie w roku zeszłym za okres pięcioletniego istnienia działu węglowego zaznaczyłem, że był to okres swoisty, wypełniony pracą organizacyjną, a w głównej mierze naukowo-badawczą nad gruntownym poznaniem ogólnej natury węgla kamiennych z punktu widzenia ich najlepszego technicznego przetworzenia.

Krótki okres sprawozdawczy obecny zaznacza się konkretnym rozwiązaniem szeregu podjętych problemów technologicznych w różnych dziedzinach, narazie w stali laboratoryjnej oraz na tyle półtechnicznej, na ile pozwalają obecne skromne warunki finansowe Instytutu. Niestety tak się składa, że okres ekspansji prac Działu Węglowego na zewnątrz w kierunku tworzenia nawet zupełnie nowych gałęzi przemysłu przypada w czasach, które tym celom nie zupełnie sprzyjają.

Przechodząc kolejno poszczególne poddziały, na które Dział Węglowy w ciągu pierwszego okresu zdecydowanie się różnicował, wspomnieć przedewszystkiem należy o pracach z dziedziny koksownictwa i brykiotowania.

W dziale tym kontynuowano w dalszym ciągu prace nad otrzymywaniem koksu metalurgicznego z węgla słabo koksującego i niekoksującego przez koksowanie go z pewną domieszką paku.

Z badań laboratoryjnych przeszliśmy na skalę półtechniczną w specjalnie zbudowanej komorze koksowniczej o pojemności pół tonny ładunku. W instalacji tej przeprowadziliśmy cały szereg prób koksowania nad węglami o różnej zdolności spiekania z Zagłębia Górnośląskiego i Dąbrowskiego.

Dla dalszych doświadczeń zakupiono w jednej z brykietowni 15 t brykietów. Część tych brykietów przerobiono w opisanej wyżej instalacji na koks, uzyskując kilka tonn materiału dobrej jakości.

Chemiczne i fizyczne badania otrzymanego koksu wykazały, że posiada on wysoką gęstość przy jednoczesnej łatwej przepuszczalności dla gazu, oraz wysoką wytrzymałość mechaniczną.

Z kolei przystąpiono do prób nad zastosowaniem otrzymanego materiału do wytapiania żeliwa w żeliwiakach. W porozumieniu z Dyrekcją jednych z Zakładów Górniczych wykonano dotychczas dwie próby w żeliwiaku, zużywając każdorazowo około 1000 kg koksu, która to ilość pozwoliła na wytopienie około, 25 t żeliwa, z którego sporządzono odpowiednie odlewy. Zaznaczyć należy, że w tej, bardzo ostrej próbie koks wykazał dostateczną wytrzymałość mechaniczną, spalał się dobrze, dawał dość wysoką temperaturę i lekkopłynną szlakę. Własności powyższe pozwalają wnioskować, że materiał ten będzie dobrem paliwem wielkopieczowem.

Na podstawie otrzymanych wyników zdecydowano się na zaprojektowanie większego urządzenia do prób otrzymywania sztucznego koksu. Zaznaczyć należy, że instalacja ta pozwoli równocześnie na przeprowadzenie prób polepszenia jakości koksu górnośląskiego, otrzymywanego w naszych koksowniach z węgla gazowych spiekających, przez zastosowanie najbardziej odpowiednich dla tego rodzaju węgla metod ogrzewania.

Wiele czasu poświęcono pracom nad wyborem i konstrukcją urządzenia do koksowania, obecnie znajdujemy się w stadium technicznej realizacji planów naszego projektu pieca.

Przeprowadzono również w tym dziale wyczerpujące i dokładne studia nad zastosowaniem do celów koksowniczych nowoodkrytego pokładu węgla z kopalń górnośląskich. Pokład ten zbadano pod względem analitycznym, petrograficznym, jego własności koksujących oraz fizykochemicznych własności koksu.

W okresie sprawozdawczym ukończyliśmy druk publikacji „Z badań nad poprawą jakości węgla górnośląskiego”. Publikacja ta zamyka niejako pierwszy okres naszych prac w tym kierunku.

W dziale koksownictwa i brykietowania pracuje Dr. inż. Michał Chorąży.

Jak już, wspomniałem w poprzednim sprawozdaniu, Dr. Chorąży, przebywał przez kilka miesięcy na Wydziale Węglowym Uniwersytetu w Sheffield w Anglii, gdzie pod kierunkiem prof. Wheelera wykonał pierwszą część pracy nad racjonalną analizą polskich węgla koksujących i niekoksujących. Praca ta, kontynuowana obecnie w naszym laboratorium, zmierza do głębszego wniknięcia w chemię węgla kamiennego z naszych Zagłębi, wskazując możliwości jego technicznej przeróbki. Dr. Chorąży zwiedził cały szereg gazowni, koksowni, instalacji do półkoksowania, instalacji do czyszczenia węgla metodą suchą, mokrą, Lessinga, flotacji i t.p. Obecnie przeprowadzamy i w tym kierunku prace przygotowawcze nad warunkami usuwania z węgla części mineralnych, zmniejszających jego wartość handlową i techniczną.

W związku z pracami nad zastosowaniem węgla do celów nawozowych opracowano program prac na sezon wicsenny roku 1933, przyczem odpowiednio ilości prób przygotowała jedna z kopalń. Niestety, narazie wskutek złej konjunktury finansowej próby te nie zostały rozesłane do doświadczalnych ośrodków rolniczych.

W okresie sprawozdawczym prowadzono w dalszym ciągu badania nad otrzymywaniem węgla aktywnych z węgla kamiennych, przyczem pierwsza część tych badań, mająca na celu otrzymywanie wysokoaktywnych węgla odbarwiających, została już ukończona. Opracowano również metodę otrzymywania węgla aktywnych dla gazów i par. Wyniki badań prowadzonych obecnie na skalę półtechniczną pozwalają przypuszczać, że uda się tą drogą uzyskać tani wysokowartościowy węgiel aktywny.

W związku z szeregiem prac Działu Węglowego nad zastosowaniem węgla niespiekających do uwodarniania, brykietowania i t. p. wyłoniła się potrzeba ściślejszej charakterystyki tych węgla. W tym zakresie opracowano metodę klasyfikacji węgla niespiekających na podstawie ich własności chłonnych.

W dziale powyższym pracuje inż. Halina Starczewska.

Równocześnie prowadzono próby nad zastosowaniem metody ciągłej w procesie aktywacji węgla drzewnego. Przeprowadzono cały szereg doświadczeń, mających na celu ustalenie wpływu temperatury aktywacji, czasu aktywacji, sposobu ogrzewania, stopnia nawilgocenia surowca na własności otrzymywanych węgla aktywnych.

Prócz tego podobne badania przeprowadzono również nad karbonizacją węgla drzewnego, jako wstępnym procesem przy aktywacji węgla.

Prace te wykonuje inż. Henryk Narkiewicz.

Opracowana w Dziale metoda otrzymywania alkoholu metylowego, jako produktu ubocznego w koksowniach i gazowniach, która zgłoszona została do ochrony patentowej, pomimo naszych starań, skutkiem kryzysu ekonomicznego, dotychczas nie znalazła realizacji w przemyśle. Obecnie opracowujemy projekt większej instalacji metanolowej na wypadek, gdy przemysł będzie mógł z naszej metody skorzystać.

W związku z kwestją zastosowania metanolu przeprowadziliśmy badania wspólnie ze Stacją Silników Spalinowych Politechniki Warszawskiej nad użyciem metanolu do napędu silników spalinowych.

Mając na względzie inne sposoby zastosowania metanolu, względnie formaliny, oraz zużycie kwaśnych frakcyj smoły pogazowej, głównie fenoli i kresoli, prowadzimy w dalszym ciągu prace nad otrzymywaniem lakierów bakelitowych o specjalnych własnościach izolacyjnych. Równolegle są badane sposoby otrzymywania mas plastycznych izolacyjnych charakteru bakelitowego, jak np. proszek bakelitowy do prasowania, bakelit, dekoracyjny i t. d., które dotychczas sprowadzane są z zagranicy.

W dziale tym pracuje inż. Mieczysław Grochowski.

W Dziale badania gazów prowadzono systematyczne analizy gazów otrzymywanych przy syntezach metanolowych i innych pracach badawczych. Jednocześnie opracowywano sposoby mieszania różnych rodzajów gazów w celu otrzymywania gazów przemysłowych o pożądanym własnościach. Przedewszystkiem uwzględniono możliwości nawęglania powietrza i gazów niskokalorycznych przy pomocy gazu i lotnych cieczy palnych.

Pozatem wykonano badania gazów gnilnych, otrzymywanych w niektórych miastach przy gniciu ścieków miejskich bez dostępu powietrza (przy przeróbce ścieków miejskich). Gazy te po odpowiednich przeróbkach mogłyby znaleźć zastosowanie jako paliwo.

W związku z przyjmowaniem udziału w pracach normalizacyjnych nad acetylenem i karbidem powstał projekt stworzenia na terenie Instytutu placówki doświadczalnej, która wykonywałaby w przyszłości badania i sprawdzania przyrządów acetylenowych z ramienia mającego powstać Polskiego Komitetu Acetylenowego.

Jako pierwszy etap realizacji tego projektu zmontowano wzorcową wytwórnice do zgazowania karbidu w celu określenia wydajności acetyleny. W roku bieżącym wykonano już w Instytucie szereg ekspertyz rozjemczych z tej dziedziny.

Oprócz tych prac związanych z przemysłem, przyjmowano udział w pracach „Komisji technicznej do oddymiania miast”, zorganizowanej przy współudziale przedstawicieli Ministerstw, władz samorządowych, nauki i przemysłu, — i w pracach wstępnych przy projektowaniu przepisów „O przewodach odprowadzających spaliny z instalacji gazowych”.

Prace te wykonuje inż. Jan Krzyżkiewicz.

W okresie sprawozdawczym Dział Węglowy brał czynny udział w pracach Polskiego Komitetu Normalizacyjnego, mianowicie: w Podkomisji Analizy Węgla, Komisji Gazów Technicznych Palnych, oraz w Podkomisji Acetylenowej i Podkomisji Karbidowej.

Kierownik i pracownicy Działu Węglowego wzięli czynny udział w III Zjeździe Chemików Polskich we Lwowie 24 — 26 czerwca 1933 i wygłosili następujące referaty: 1. Prof. W. Świętosławski „O podstawach fizykochemicznych koksowania” (referat wygłoszony na plenum Zjazdu). 2. „O ciepłe półkokowania”. 3. „Z badań nad przebiegiem dystrylacji mieszanin azeotropowych”. 4. Prof. W. Świętosławski i inż. B. Karpiński „Badania nad zmianą stężeń azeotropowych układu etanol — benzen — woda”. 5. Dr. inż. M. Chorąży „O racjonalnej analizie kilku polskich węgli koksujących i niekoksujących”. 6. Inż. H. Starczewska „O własnościach chłonnych węgla kamiennych”. 7. „Otrzymywanie węgla aktywnych wysoko-chłonnych z węgla kamiennych”. 8. Dr. inż. J. Dubois „O działaniu par pirydyny na torfy”. 9. Inż. M. Grochowski „Sposób otrzymywania metanolu jako produktu ubocznego w koksowniach i gazowniach”. 10. „Nowa laboratoryjna kolumna dystylacyjna”. 11. „Lakiery bakelitowe i ich zastosowanie”. 12. Inż. H. Narkiewicz „Z badań nad półkokowaniem mialu węglowego w laboratoryjnym piecu obrotowym o działaniu ciągłym”. 13. Inż. J. Krzyżkiewicz „Porównanie pomiarów ciepła spalania cieczy indywidualnych i mieszanek w kalorymetrze Junkersa i bombie kalorymetrycznej.

Pozatem inż. Jan Krzyżkiewicz wygłosił następujące referaty: 1. „Przyczyny i przebieg wybuchu gazów w Neunkirchen”, wygłoszony na posiedzeniu Polskiego Towarzystwa Chemicznego w Warszawie, (kwiecień 1933 r.) 2. „Przyczyny i przebieg wybuchu gazu w Neunkirchen, oraz rodzaje i stopień bezpieczeństwa zbiorników miejskich na gazy palne”, wygłoszony dnia 12.V 1933 r. na posiedzeniu Polskiego Towarzystwa Chemicznego, Oddział w Łodzi, i Stowarzyszenia Techników, Oddział w Łodzi. 3. „Zastosowanie generatora na gaz wodny w gazowniach”, wygłoszony na XV Zjeździe gazowników i wodociągowców polskich w Gdyni — 30.VI 33 r.

Publikacje: 1. W. Świętosławski, M. Chorąży i B. Roga „Z badań nad poprawą jakości koksu górnośląskiego VII: Proces tworzenia się koksu w świetle badań fizyko-

chemicznych". 2. Inż. J. Krzyżkiewicz „Oznaczenie ciepła spalania gazów przemysłowych”, „Gaz i woda” XII, 160 (1932). 3. „Produkcja i zastosowanie helu do potrzeb aeronautyki”. Przegląd Lotniczy IV — 585 (1932) oraz osobno wydawnictwo „Biblioteczki lotnicze” Warszawa, 1933.

Jako ostatni zabrał głos Doc. Dr. Ludwik Wasilewski składając sprawozdanie z prac Działu Przemysłu Nieorganicznego:

W ciągu okresu sprawozdawczego 1932/33 zaszły na terenie Instytutu pewne przegrupowania, które w Dziale Przemysłu Nieorganicznego wyraziły się tem, że Oddział Mieszanek Spirytusowych na mocy uchwały Wydziału Czynnego, został oddany pod moje kierownictwo.

W ubiegłym okresie w Dziale Przemysłu Nieorganicznego, według ustalonego przeze mnie systemu, szczegółowe sprawozdania z wszystkich prac podejmowanych w Dziale Przemysłu Nieorganicznego wraz z odpowiednim skorowidzem i spisem chronologicznym zostały opracowane w trzy tomy, które oto tutaj przekładam.

Nawiązując do mego zeszłorocznego sprawozdania muszę w tem miejscu zaznaczyć, iż Dział Przemysłu Nieorganicznego w dalszym ciągu bardzo intensywnie pracował w dziedzinie galwanotechniki. Ten zakres naszej działalności, który nosi wyraźne znamiona pracy przemysłowo-pionierskiej, przynosi Instytutowi efektywne korzyści. Jakkolwiek korzyści te pod względem finansowym nie są zbyt wielkie, to jednak przeświadczenie, że wypełnia się jedną z dość dotkliwych luk w całości kształcie naszego życia gospodarczego stanowi już poważną podniętę dla dalszej wytężonej pracy.

W dziedzinie galwanotechniki pracowaliśmy, zarówno w zakresie samych preparatów galwanotechnicznych jak i aparatury oraz metodyki pracy. Opracowaliśmy cały szereg nowych sposobów elektrolitycznego powlekania i barwienia powierzchni metalicznych oraz przygotowaliśmy szereg nowych mieszanek solnych do tego celu.

Dużą część naszego wysiłku w tej dziedzinie poświęciliśmy również sprawie kadmowania, starając się w miarę możności wprowadzić na rynek ten rodzaj procesu galwanotechnicznego zarówno ze względu na wybitne walory techniczne, jak i całkowitą samowystarczalność w tej dziedzinie. Wiadomą bowiem jest rzeczą, że z pośród niezwykle ubogiej kolekcji metali, występujących w naszym kraju, kadm jest jednym z tych, który we względnie obfitej ilości mógłby być z własnych surowców otrzymywany.

Realizowaniem tych naszych prac zajmowała się Centrala Dostaw Aparatury, która

rozszerzyła zakres swej produkcji przez wyrób wszelakiego rodzaju preparatów i urządzeń galwanotechnicznych.

Pozatem wypracowano i wydrukowano cały szereg racjonalnych przepisów galwanotechnicznych, wyręczając z zupełnym powodzeniem bardzo poważną tutaj instruktorską literaturę niemiecką.

Przez sporadycznie urządzone Kursy galwanotechniczne kontynuujemy również prace nad zasilaniem naszego, coraz bardziej ostatnio rozwijającego się przemysłu galwanotechnicznego, krajowymi siłami fachowymi. Absolwenci tych kursów w zupełności dorównują, a niejednokrotnie przewyższają zagranicznych, w tej dziedzinie, specjalistów.

Gwoli ścisłości muszę zaznaczyć, że z tytułu swej pracy w zakresie galwanotechniki Dział mój bezpośrednio nie czerpie żadnych finansowych korzyści.

W dziedzinie metali lekkich w dalszym ciągu pracowaliśmy nad dość znużającym zagadnieniem, mianowicie nad elektrolizą stopionego chlorku aluminium zmieszanego z chlorkami alkalicznymi i ziem alkalicznych.

Dla tego celu badaliśmy temperatury różnych mieszanin wyżej wspomnianych chlorków, uzyskując w wyniku tego szereg przyczystych wykresów układów termicznych.

Zkolei, opierając się na otrzymanych rezultatach, wykonano cały szereg prób nad elektrolizą w odpowiednio niskich temperaturach badanych trójskładnikowych mieszanin chlorków. Udało nam się w ten sposób wyprecyzować pewne warunki, przy których otrzymywano zupełnie pozytywne rezultaty. Nie można wprawdzie jeszcze twierdzić, że problem otrzymywania tą drogą metalicznego aluminium został technicznie rozwiązany, jednak z zupełną słuszością można mówić o rozwiązaniu zagadnienia elektrolitycznego aluminowania przedmiotów na gorąco. Jest to bądź co bądź spory krok naprzód.

Równoległe z temi pracami przystąpiono również do roztrząsania ogólnego zagadnienia elektrolitycznego otrzymywania metali ze stopionych mieszanek solnych poniżej punktu topliwości danego metalu.

Na skutek propozycji jednej z firm w minionym okresie zajaliśmy się bliżej elektrolityczną rafinacją odpadków aluminowych. Dla celów orientacyjnych opracowaliśmy dokładne studjum jednej z metod takiej rafinacji. Dane z tego studjum służą obecnie za podstawę do budowy przy naszej stałej współpracy, niewielkiego narazie zakładu próbnego. Opracowana przez nas metoda niewiele się w swej istocie różni od wytwarzania aluminium metalicznego drogą normalnej elektrolizy tlenku aluminium. Realizację tedy tego rodzaju rafinacji należy uważać, za poważny postęp w kierunku ogólnego rozwią-

zania problemu aluminowego, nad którym to problemem Instytut strawił wiele lat i w który włożył wiele wysiłków.

Jednym z zagadnień, uwieńczonych pozytywnymi wynikami, była kwestja produkcji elektrod węglowych z materiałów krajowych. W sposób bardzo systematyczny i metodyczny zebraliśmy cały szereg danych, niespotykanych naogół w literaturze, a odnoszących się do jakości otrzymywanych elektrod w zależności od rodzaju i stosunku ilościowego, użytych do fabrykacji surowców, oraz warunków sporządzania ich jak n.p. ciśnienie prasowania, czas i temperatura wypalania i t. d.

Sama praca posunięta już jest bardzo daleko i zdaje się, że w światowej literaturze nawet nie znajdzie się tych dat, cennych przedewszystkiem dla praktyki, które uzyskaliśmy w tej pracy.

Z pośród innych podejmowanych tematów udało nam się również opracować szereg poszczególnych danych z zakresu elektrolizy chlorku magnezowego a mianowicie: opanowanie ruchu elektrolizera, ustalenie składu racjonalnej mieszanki oraz dobór odpowiednich warunków fizycznych.

W związku z tym tematem zbadano również pewną ilość układów termicznych $MgCl_2$ i chlorków alkalicznych.

Zupełnie inną dziedzinę techniki objęły prace przydzielonego mojej kontroli Działu, zwanego poprzednio Działem Mieszanek Spirytusowych. Dział ten, uwzględniając przedewszystkiem zagadnienia konkretne jakie stawiało życie, musiał z konieczności przenieść swoje początkowe zainteresowanie z dziedziny mieszanek napędowych na inne dziedziny technologii spirytusu. Jednym z ważniejszych problemów, którymi się ten Dział zajmował, było skażenie spirytusu. Zagadnienie to, o zupełnie specyficznym charakterze, wymagało możliwie szybkich a praktycznych rozwiązań. Z natury rzeczy trzeba się było uciekać do sporządzania zupełnie przypadkowych, jakkolwiek systematycznie dobieranych, mieszanin spirytusu z ciałami o specjalnych własnościach fizjologicznych. Zagadnienie skażenia spirytusu, które w samem swem założeniu pozbawione jest ścisłych podstaw naukowych, starano się rozwiązać w ten sposób, żeby wszystkie uzyskane w tym kierunku rezultaty ujmować się jednak dały w pewne dane liczbowe. Próbowano tedy stworzyć kryterja, możliwie ściśle i pozwalające na ocenę i wzajemne porównanie poszczególnych środków skażających. Z zupełną świadomością teoretycznej i praktycznej niemożliwości rozwiązania spraw skażenia w całej rozciągłości, opracowywano sposoby i stworzono koncepcje dla możliwie jak najbardziej praktycznego i celowego ujęcia tego zagadnie-

nia. Zbadano więc cały szereg materiałów, jako środków skażających zarówno pod postacią ciał chemicznie jednorodnych, jak też ich mieszanin. W ten sposób przestudowano jako nowe środki skażające: oleje pokreozotowe, denoxol, przedgon terpentyny i inne.

Z kolei opracowano niektóre metody przeróbki technologicznej spirytusu na produkty pochodne, między innymi również pod kątem widzenia przydatności tychże do celów skażenia. Opracowano w tym celu metodę otrzymywania acetonu ze spirytusu etylowego na drodze pirogenyzy. Jednocześnie przeprowadzono badania nad pirogenetycznym rozkładem spirytusu na gaz świetlny, etylen i t. p.

Muszę również nadmienić, że przy rozważaniu zagadnienia skażenia nie ograniczono się wyłącznie do wykorzystywania już istniejących środków skażających, lecz zastanawiano się także nad możliwością sztucznego otrzymywania nowych niestosowanych dotychczas środków skażających (jak np. syntetyczne zasady pirydynowe).

Pozatem opracowano jeszcze cały szereg zagadnień bądź to z zakresu mieszanek spirytusowych, bądź też inne jak np. otrzymywanie drogą fermentacji mieszaniny alkoholu butylowego i acetonu.

Chciałbym jeszcze zaznaczyć, iż Dział mój brał ponadto udział w Zjeździe Chemików we Lwowie, na który zgłoszono osiem referatów. Niektóre z nich wywołały bardzo ożywioną dyskusję i wzbudziły duże zainteresowanie. Do referatów tych należą:

- 1) Warunki wytwarzania elektrod węglowych.
- 2) Wpływ soli Al na elektrolityczne wydzielanie Zn .
- 3) Badania nad mieszanekami mineralno-bitumicznymi.
- 4) Aparatura i warunki produkcji litu w skali technicznej.

W ciągu roku sprawozdawczego przygotowaliśmy siedem prac do druku, z których dotychczas dwie opublikowano.

* * *

Z powodu nieobecności Prof. Jana Czochrańskiego podane poniżej sprawozdanie Działu Metalurgicznego nie zostało wygłoszone na posiedzeniu:

W roku sprawozdawczym z braku funduszy nie dało się rozwinąć szerzej prac Działu, jednak wykonano następujące prace:

Dla Dyrekcji Wodociągów i Kanalizacji miasta Warszawy wykonano badania metalograficzne rur żeliwnych i przyczyn ich pęknięć, w szczególności w związku z różnymi typami ziemi, w której były ułożone, od

czego zależy rodzaj korozji, któremu żeliwo uległo. Badania te przeprowadzono na miejscu w terenie, przyczem dało się rozróżnić dwa typy ziemi, z których jeden okazał się szczególnie niekorzystny.

Dla Państwowej Wytwórni prochu w Pionkach przeprowadzono badanie wartości szyn spawanych krajowym termitem. Stwierdzono, że ten materiał krajowy daje spoiny, które pod względem jakości, mianowicie wytrzymałości na przeginanie, leżą najzupełniej w granicach odnośnych przepisów. Badania te prowadzi się w dalszym ciągu obejmując niemi szerszy zakres cech charakterystycznych.

W łączności z Działem Analitycznym Instytutu przeprowadzono prace związane z badaniem i stałą kontrolą tworzyw wchodzących w zakres konstrukcyj, wymagających materiałów o najwyższych własnościach technicznych i odpowiadających szczególnie ostremu wymogom. Czysto chemiczną stronę tych materiałów przekazano, za pośrednictwem Działu, Działowi Analitycznemu Instytutu. Dział Metalograficzny uzupełnia te analizy chemiczne w miarę potrzeby analizą metalograficzną.

Również wspólnie z działem Analitycznym wzięto udział w zbadaniu powłok metali na szczelność przylegania i odporność na korozję: Chodziło tu o bielone blachy krajowe oraz zagraniczne. Blachy krajowe okazały się równowartościowymi z najlepszymi blachami angielskimi.

Dla przemysłu wykonano badania nad przyczynami powstawania rys i pęknięć stali konstrukcyjnej w korbowodach parowozowych. Stwierdzono w większości wypadków, że złomy te wynikiły z tak zwanego przedwczesnego zmęczenia, spowodowanego zdarzającym się nieodpowiedniem odkuciem i obróbką termiczną.

Wspomnieć należy również współpracę z Komitetem Normalizacyjnym, gdzie Dział Metalurgiczny współpracował w II Sekcji Hutniczej w ustalaniu norm co do składu chemicznego oraz wymogów wytrzymałości dla metali nieżelaznych.

Współpracowano również z Komisją Hutniczą oraz kontynuowano prace z dziedziny słownictwa technicznego.

Współdziałano przy zorganizowaniu Towarzystwa Wojskowo-Technicznego i już wspólnie z niem zorganizowano szereg Komisji, których zadaniem jest opracowywanie zagadnień technicznych, związanych z obroną kraju.

Po złożeniu sprawozdań przez Członków Wydziału Czynnego wywiązała się ożywiona dyskusja, w której zabierał głos Pan Prezydent R. P., Prof. Dr. Ignacy Mościcki, oraz panowie Kuratorzy Instytutu.

Uchwalono przyjąć sprawozdania Wydziału Czynnego do zatwierdzającej wiadomości oraz przedstawić Walnemu Zgromadzeniu Członków Instytutu wnioski o udzielenie absolutorjum Wydziałowi Czynnemu.

Sprawozdanie

z XI Zwyczajnego Walnego Zgromadzenia Chemicznego Instytutu Badawczego

We czwartek dnia 28 września 1933 r. o godz. 12.30 odbyło się XI Walne Zgromadzenie Członków Stowarzyszenia „Chemiczny Instytut Badawczy”.

W zgromadzeniu wzięło udział osobiście oraz przez pełnomocnictwa 47 członków.

O godz. 12.30 dyrektor Dr. Martynowicz otworzył Walne Zgromadzenie stwierdzając prawomocność obrad, poczem zebrani zaprosili na przewodniczącego Walnego Zgromadzenia p. Naczelnego Dyrektora inż. Markiewicza.

Objąwszy przewodnictwo p. naczelny dyrektor Markiewicz wezwał obecnych do uczczenia przez powstanie pamięci zmarłego członka założyciela Instytutu ś. p. Jana Mogilnickiego.

Po odczytaniu protokołu ostatniego posiedzenia dyr. dr. Martynowicz Zenon zdał sprawozdanie z działalności Instytutu oraz przedstawił zamknięcie bilansowe za rok 1932

następnie redaktor miesięcznika „Przemysł Chemiczny” prof. dr. Kazimierz Kling złożył sprawozdanie redakcyjne za rok sprawozdawczy, poczem dyrektorem inż. Markiewicz odczytał wniosek Kuratorjum w sprawie przyjęcia zamknięcia rachunkowego i udzielenia Wydziałowi Czynnemu absolutorjum.

Po uchwaleniu absolutorjum zebrani postanowili jednogłośnie zatwierdzić wniosek Wydziału Czynnego powołujący na Kuratorów Instytutu pp. Józefa Czikiela em. gen. W. P., inż. Czesława Klarnera b. ministra, Prezesa Izby Handlowo-Przemysłowej w Warszawie, inż. Antoniego Lewalskiego prezesa Ski Akc. Zjednoczonych fabryk L. Zieleniewski i Fitzner-Gamper w Krakowie, inż. Tomisława Morawskiego generalnego dyrektora Gwarectwa Rybnickiego w Katowicach, dr. Stefana Ossowskiego b. ministra, Prezesa Zjednoczenia Elektryczni Okręgu Radomsko-Kieleckiego, inż.

Rudowskiego naczelnika Wydziału przemysłowego Śląskiego Urzędu Wojewódzkiego w Katowicach.

Następnie przystąpiono do wyboru Komisji rewizyjnej¹⁾ do której powołano pp. inż. Kazimierza Górskiego b. wiceministra, inż. Edmunda Trepkę dyrektora Związku Przemysłu Chemicznego R. P. i dr. Józefa

Zawadzkiego profesora Politechniki w Warszawie.

Ustalając składkę dla członków wspierających Instytutu w wysokości zł. 100 dla osób fizycznych i zł. 1 000 dla osób prawnych upoważniono dyrektora do udzielania indywidualnych zniżek składek członkowskich, poczem Zebranie zamknięto.

Z laboratoryjnych badań nad mieszankami mineralno-bitumicznymi dla budowy dróg*)

Recherches de laboratoire sur les mélanges de pieraille et de bitume pour la construction des routes

Część I.

Badania na aparacie Chemicznego Instytutu Badawczego

Examen à l'aide de l'appareille de l'Institut des Recherches Chimique

Inż. J. Z. ZALESKI

Dział Przemysłu Nieorganicznego Chemicznego Instytutu Badawczego

Komunikat 52

Opierając się na dotychczasowych orientacyjnych badaniach, mieszanek kamiennie-bitumicznych¹⁾, przeprowadzonych na aparacie Chemicznego Instytutu Badawczego²⁾ przystąpiono do opracowania najodpowiedniejszej metodyki pracy t. j. dającej możliwie dokładne a zarazem łatwe do odtwarzania wyniki. Po przeprowadzeniu szeregu doświadczeń ustalono następujący tok pracy:

Z rozdrobnionego materiału kamiennego pobierano frakcję pozostającą między sitami o danej ilości oczek na 1 cm^2 . Przy wymiarach brykietów oraz aparatu służącego do doświadczeń pożądanym jest stosowanie ziarna nie grubszego od przechodzącego przez sito o 225 oczkach na 1 cm^2 . Uzyskany w ten sposób materiał kamienny suszono i ogrzewano do temperatury wyższej od temperatury, w której miano sporządzać mieszankę. Po ustaleniu się pożądanej temperatury wsypywano go (wśród ciągłego mieszania) do, ogrzanego do tej samej temperatury w mieszalniku³⁾,

asfaltu. Budowę mieszalnika przedstawia rys. 1. Jest to zbiornik cylindryczny zanurzony w łaźni olejowej, pozwalający na utrzymanie pożądanej temperatury bez wahań, mogących wpływać na wyniki. Temperaturę przy sporządzaniu mieszanki kontrolowano za pomocą termometru zanurzonego w kąpielii olejowej w gnieździe przy zbiorniku z mieszadłem.

Mieszanie w mieszalniku trwało zasadniczo 20 minut. Przy dłuższym wygrzewaniu mieszano $10^7/1\text{ godz.}$ W czasie przerw w brykietowaniu ponad 8 godz. trzymano mieszankę w danej temperaturze w suszarni elektrycznej bez mieszania. Bezpośrednio przed każdym brykietowaniem mieszano dokładnie łyżką całą zawartość mieszalnika.

Brykietowanie.

Mieszankę o danej temperaturze po szybkim odważeniu z dokładnością dziesiątych grama (normalna waga brykietu wynosiła 40 g) brykietowano na precyzyjnej prasie (nie ogrzewanej) Richter'a. Brykiety posiadały zawsze tę samą średnicę 42 mm, czyli powierzchnię ca. $13,85\text{ cm}^2$. Poza doświadczeniami nad wpływem ciśnienia przy brykietowaniu stosowano jako ciśnienie normalne $19\ 200\text{ kg t. j. ok. }1390\text{ kg/1 cm}^2$ powierzchni brykietu.

Przechowywanie brykietów.

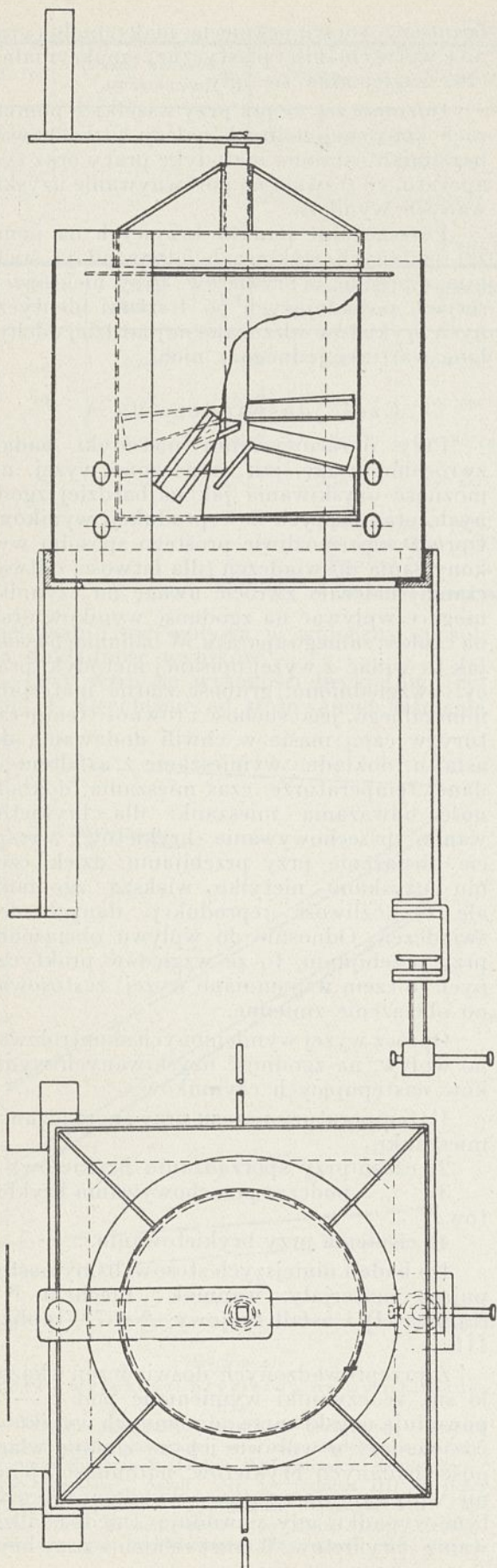
Gotowe brykiety przechowywane według kolejności brykietowania i położenia w prasie, (ze względu na przypuszczalne różnice

*) Pracę powyższą finansowaną przez Departament IV Drogowy Ministerstwa Robót Publicznych przedłożono Ministerstwu w październiku 1931 r. Poszczególne fragmenty z niej stanowiły treść referatu wygłoszonego na III Zjeździe Chemików Polskich we Lwowie w czerwcu 1933 r.

1) L. Wasilewski i M. Mączyński. Przemysł Chem. 15. 124 i 137 (1931).

2) Zgłoszono do patentu.

3) Dawniejszy sposób sporządzania mieszanki w parowniczkach porcelanowych na płycie azbestowej nad wolnym ogniem powodował niezgodności w uzyskiwanych wynikach oraz trudność w reprodukcji przeprowadzonych doświadczeń, a to wskutek niemożliwości utrzymania stałej danej temperatury oraz uniknięcia wpływu przegrzanego dna parowniczkę w różnym stopniu w zależności od intensywności mieszania.

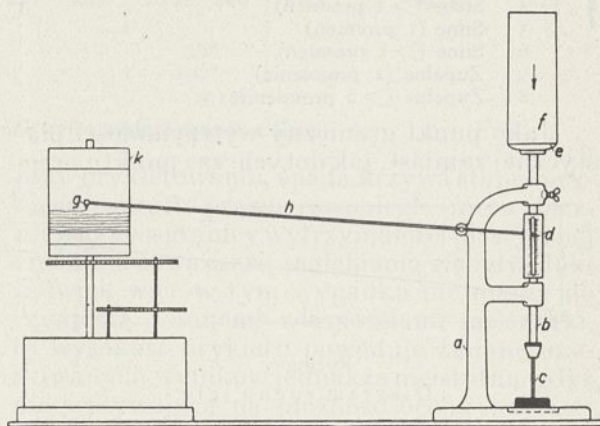


Rycina 1. Mieszalnik do sporządzania mieszanki.

w ciężarach objętościowych dolnych i górnych warstw brykietów), aż do czasu przebijania na aparacie, w termostacie⁴⁾ o temperaturze pokojowej. Wahania temp. w termostacie wynosiły ca 2^o/24 godz. Brykiety zazwyczaj badano na drugi dzień po ich sporządzeniu co zapewniało ustalenie się jednakowej temperatury w całej masie brykietu, jak również w całej danej ich serji, co ma duże znaczenie na zgodność i możliwość porównywania uzyskiwanych wyników.

Badanie brykietów.

Brykiety poddawano przebijaniu na aparacie Chemicznego Instytutu Badawczego (ryc. 2) w temperaturze pokojowej. Przy specjalnych badaniach zastosujemy urządzenie do oziębiania względnie ogrzewania.



Rycina 2.

Aparat laboratoryjny do badań materiałów dla nawierzchni drogowych.

a — statyw, b — pręt prowadzący, c — igła, d — wskazówka, e — podstawa dla obciążenia, f — ciężar, g — pióro, h — dźwignia, przenosząca ruch igły za pośrednictwem pióra na papier, k — bęben obrotowy

Jako początkowe obciążenie stosowano 20 kg dodając co 1/2 godz po 5 kg nie wyżej jednak 30 kg a w późniejszych badaniach 5 kg, dodając następnie po 5 kg co każde 10 min⁵⁾. Na przyszłość przywidujemy obciążenie równomiernie wzrastające, gdyż dodanie naraz po 5 kg powoduje nagłe przeskokki w ruchu igły, a w następstwie zmniejszenie dokładności uzyskiwanych wyników. Przez tę modyfikację będzie można zwiększyć dotychczasową dokładność pomiarów.

⁴⁾ Dawny sposób przechowywania brykietów na półkach w laboratorium nie pozostawał bez wpływu na uzyskiwane wyniki zwłaszcza w porze zimowej, wobec dużej różnicy temperatur w dzień i w nocy, gdy centralne ogrzewanie nie było czynne.

⁵⁾ Dawny sposób stałego obciążenia 20 kg okazał się dla niektórych rodzajów brykietów za duży względnie dla innych za mały dając mało wyraźny diagram względnie powodując zbyt wolny postęp pracy (czas przebijania poszczególnych brykietów przedłużał się do 17 godz.).

Charakterystyka wyników badań.

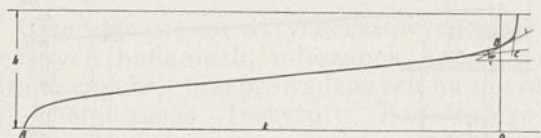
Własności poszczególnych mieszanek, pod postacią brykietów oprócz jak dotychczas granicą wytrzymałości plastycznej (głębokość zagłębienia się igły w *mm* w skali 4,7 : 1) charakteryzujemy nadto przy pomocy czasu zagłębienia się igły (od początku jej uruchomienia do chwili przekroczenia granicy plastyczności w minutach) i stopniem pęknięcia brykietów (ilość i jakość pęknięć) według skali uwidocznionej na tablicy I.

TABLICA I.

Skala stopni pęknięcia brykietów.

Stopień	Rodzaj pęknięcia
0	Brak wszelkich pęknięć
1	Ślady (do $\frac{1}{2}$ promienia 1 raz)
2	Ślady (do $\frac{1}{2}$ promienia > 1 raz)
3	Słabe (1 promień)
4	Słabe (> 1 promień)
5	Silne (1 promień)
6	Silne (> 1 promień)
7	Zupełne (2 promienie)
8	Zupełne (> 2 promienie)

Jako punkt graniczny wytrzymałości plastycznej zamiast, jak dotychczas punktu prze-



Rycina 3.

Diagram ruchu igły.

A—początek zagłębienia się igły, B—punkt graniczny wytrzymałości plastycznej, C—dawny punkt graniczny wytrzymałości plast., l—styczna pod 30° do linii odniesienia K, B—D—głębokość zagłębienia się igły stanowiąca o wytrzymałości plastycznej, h—wysokość brykietu.

cięcia się stycznych (punkt C na rycinie 3), których kreślenie przy niewyraźnym załamaniu krzywej na diagramie nastęrczało trudności, przyjęliśmy punkt styczności (punkt B na rycinie 3) diagramu ruchu igły, przy przekraczaniu granicy wytrzymałości plastycznej, z prostą nachyloną do linii odniesienia pod kątem 30° .

Wprowadzenie dwu nowych cech jakie obserwujemy przy wyznaczaniu granicy wytrzymałości plastycznej, a mianowicie czasu zagłębienia się igły i stopnia pęknięcia brykietu pozwala na dokładniejszą analizę uzyskiwanych wyników. Czas zagłębienia się igły jest głównie miarą twardości względnie spoistości brykietu a stopień pęknięcia jego kruchości. Jeśli zatem np. dwie różne mieszanki dają nam tę samą wartość wytrzymałości plastycznej (głębokość zagłębienia się igły do punktu granicznego), to różny czas zagłębienia się igły względnie różny stopień pęknięcia świadczą o większej wartości jednej z nich.

Najodpowiedniejszą będzie zatem mieszanka, z której sporządzony brykiet posiada

najniższy stopień pęknięcia, maksymalną granicę wytrzymałości plastycznej i maksymalny czas zagłębienia się igły.

Rozumie się, że jak przy wszelkich pomiarach konwencjonalnych należy tu zachować bez zmian ustaloną metodykę pracy oraz typ aparatu, co zezwala na porównywanie uzyskiwanych wyników.

Poszczególne punkty krzywych na poniżej podanych wykresach odpowiadają średnim z przebieg 3 brykietów. Przy niektórych serjach posiadających po 4 sztuki identycznych brykietów odrzucano najbardziej odchylone wartości jednego z nich.

Część doświadczalna A.

Przy opracowywaniu metodyki badań zwrócono uwagę, jak zaznaczono wyżej, na możliwość uzyskiwania jak najbardziej zgodnych, oraz łatwych do reprodukcji wyników. Oprócz więc możliwie prostego sposobu wykonywania doświadczeń (dla łatwości odtwarzania) należało zwrócić uwagę na czynniki mogące wpływać na zgodność wyników oraz na czułość samego aparatu. W badaniach tych, jak to widać z wyżej opisanej metodyki pracy, uwzględniono: grubość ziarna materiału mineralnego, jego suchość i równość temperatury w całej masie w chwili dodawania do asfaltu, dokładne wymieszanie z asfaltem w danej temperaturze, czas mieszania, dokładność odważania mieszanki dla brykietowania, przechowywanie brykietów, wreszcie obciążenie przy przebijaniu, dzięki czemu uzyskano nie tylko większą zgodność ale i możliwość reprodukcji danych doświadczeń. Odnośnie do wpływu obciążenia przy przebijaniu, to ze względów praktycznych (o czym wspomniano wyżej) zastosowano obciążenie zmienne.

Oprócz wyżej wymienionych skontrolowano wpływ, na zgodność uzyskiwanych wyników następujących czynników:

- 1) temperatury i czasu przy sporządzaniu mieszanki,
- 2) czasu przy sporządzaniu brykietów,
- 3) „ „ podczas przechowywania brykietów,
- 4) ciśnienia przy brykietowaniu.

Do badań niniejszych stosowaliśmy następujące materiały: wapniak „Piechcin N” (tablica II) i asfalt krajowy „Nr. 7” (tablica III).

Z przeprowadzonych doświadczeń okazało się, że czynniki wymienione pod 1 — 3 powodują uzyskiwanie odmiennych wyników, co świadczy o wpływie ich na zmianę własności badanych brykietów, natomiast ujemnie wpływają na zgodność wyników tylko w tym wypadku gdy powodują „niedoasfaltowanie” brykietów. Wzrost ciśnienia przy bry-

TABLICA II.

L. p.	Rodzaj materiału mineralnego	Nazwa	Struktura	Twardość wg skali E.P.C.	Nasiakliwość wody %	Ciężar	
						właśc.	obj.
1	Wapniak . . .	Piechcin N	zbity krystaliczny	D—E—F	1,29	2,71	2,41
2	„	Piechcin B	krystaliczny	D—E—F	3,67	2,68	2,24

TABLICA III.

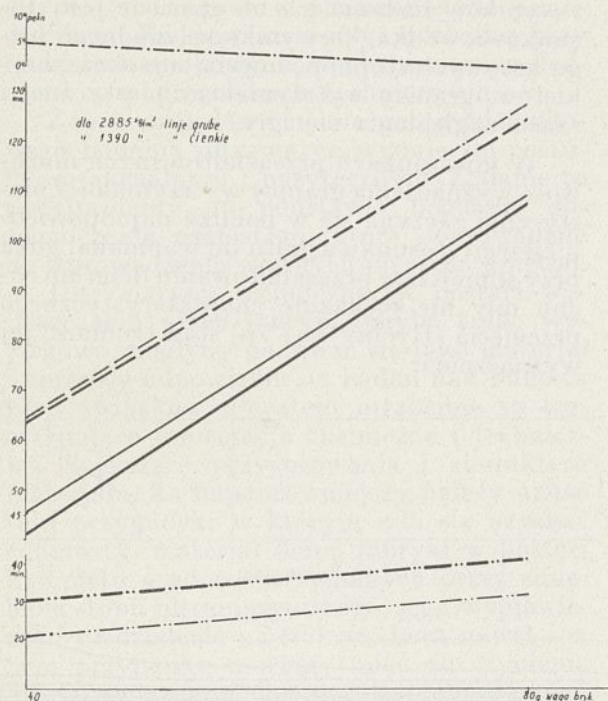
Asfalt Nr.	Ciężar właściwy	Punkt topl. Kr.—S.	Penetracja w 25°	Ciągliwość w 25°	Punkt zapalności °C	Punkt zapłonie- nia °C	Lotność %	Rozpuszczalność w CS ₂ 0%	Popiół %
7 ¹⁾	0,999*	28,5*	162*	100 cm*	363*	350*	0,03*		
10	1,01	36,0*	104*	100 cm	250		0,05	98,5	0,6
9	1,01	39,0*	85,5*	60—80 cm	317*	304*	0,05	98,5	0,6
3	1,03	37,5*	138*	150 cm	270—290	220—240	0,5	99,99	0,12

1) Penetracja w 15 °C 36*
 Ciągliwość w 15 °C 100*
 Parafina % 4,15*

*) Oznaczone przez nas; inne cyfry według danych z firm.

kietowaniu nie wpływa w widoczny sposób na dokładność wyników.

Przy wzroście wysokości brykietów, (rycina 4) niezależnie od stosowanego ciśnienia



Rycina 4.

Wpływ wysokości brykietów na wyniki badania.

— Stopień pęknięcia; -- wysokość brykietów; — granica wytrzymałości plastycznej; —·— czas zagłębiania się igły. Wapniak Piechcin B (tablica II); grubości ziarna 900—4900 oczek/cm². Asfalt „Nr. 3” (tablica III) w ilości 7,5%/0. Temperatura sporządzania mieszanki 150°. Ciśnienie przy brykietowaniu 1390 kg/cm² (linje cienkie). Ciśnienie przy brykietowaniu 2885 kg/cm² (linje grube).

przy brykietowaniu, spada krzywa stopni pęknięcia, wzrasta prawie równolegle (nieco zbieżnie) krzywa granicy wytrzymałości plastycznej i rośnie krzywa czasu zagłębiania się igły. Jakkolwiek więc w tym wypadku nie mamy do czynienia z innymi własnościami mieszanki, to wysokość brykietu powoduje zmianę uzyskiwanych wyników jednakże nieistotną, gdyż nie wpływającą na możliwość oceny wartości mieszanki, byle zachować tę samą wysokość u wszystkich badanych brykietów.

Cechą charakterystyczną, na którą należy tu zwrócić uwagę jest, że ze wzrostem wysokości brykietu krzywa stopni pęknięcia opada w przeciwieństwie do krzywej granicy wytrzymałości plastycznej i czasu zagłębiania się igły. Wpływu wysokości brykietów na dokładność wyników nie zauważono.

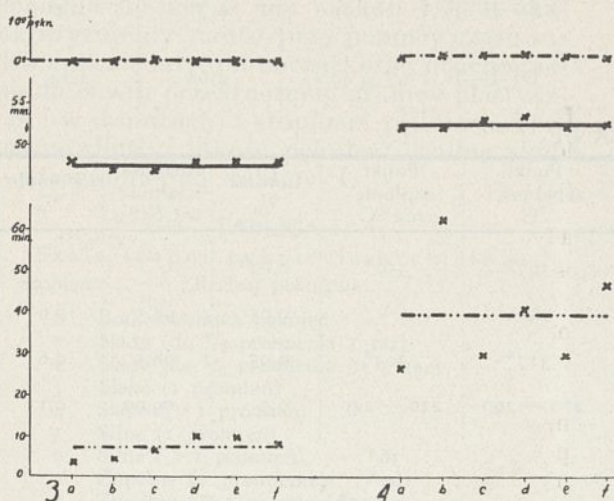
Reasumując powyższe badania należy, celem możliwości porównywania różnego rodzaju asfaltów względnie materiałów mineralnych oraz reprodukcji wyników, zachować niezmiennymi: rodzaj materiału mineralnego względnie asfaltu, grubość ziarna i jego suchość, temp. asfaltu i ziarna przed i podczas mieszania, czas i sposób mieszania aż do chwili zbrykietowania, ciśnienie podczas brykietowania, wysokość brykietów, temp. i czas (w przybliżeniu) od chwili sporządzenia brykietów do badania na aparacie. Jak widzimy więc mieszanki z wapienka i asfaltu są mało stabilne i wymagają zachowania wielu ostrożności przy ich badaniu.

Zgodność wyników i reprodukcji.

Przy przestrzeganiu powyżej opisanej metodyki pracy uzyskano na aparacie Chemicznego Instytutu Badawczego większą niż

uprzednio zgodność wyników i możliwość re-produkcji przeprowadzanych doświadczeń.

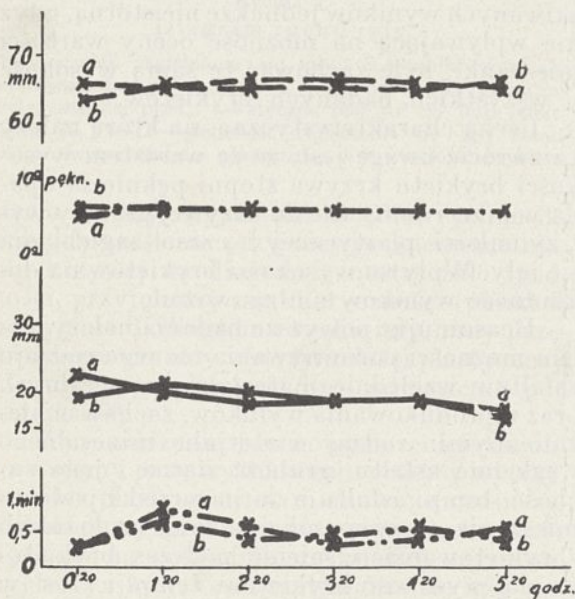
Rycina 5 uwidocznia zgodność wyników przy wyznaczaniu stopnia pęknięcia, granicy



Rycina 5.

Zgodność wyników: stopni pęknięcia (— · —), granicznej wytrzymałości plastycznej (—) i czasu zagłębienia się igły (— · ·) dwu seryj po 6 sztuk brykietów.

Wapniak „Piechcin N” (tablica II) o grubości ziarna 900 — 4900 oczek/cm². Asphalt „Nr. 7” (tablica III) w ilości 10%. Temperatura sporządzania mieszanki 150°. Ciśnienie przy brykietowaniu 1390 kg/cm². Brykiety 3a—f z mieszanki wygrzewanej 5,20 godz. Brykiety 4a—f z mieszanki wygrzewanej 20 godz.



Rycina 6.

Reproduktywność brykietów i wyników.

— · — stopnie pęknięcia; — — wysokość brykietów w mm w skali 4,7:1; — — głębokość przebiccia (graniczna wytrzymałość plastyczna) w mm w skali 4,7:1; — · · — czas zagłębienia się igły w minutach; „a” pierwotna serja brykietów; „b” odtworzona serja brykietów. Wapniak „Piechcin N” (tablica II) o grubości ziarna 900 — 4900 oczek/cm². Asphalt „Nr. 7” (tablica III) w ilości 5%. Temperatura sporządzania mieszanki 150°. Ciśnienie przy brykietowaniu 1390 kg/cm².

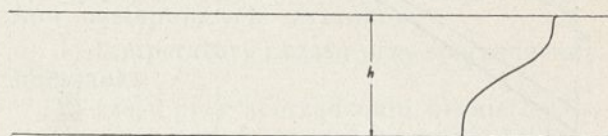
wytrzymałości plastycznej i czasu zagłębienia się igły.

Tak niewielki błąd, w uzyskiwanych wynikach dla granicy wytrzymałości plastycznej możliwy jest do osiągnięcia przy brykietach sporządzonych z mieszanki o odpowiednim lub bliskim jemu stosunku asfaltu do materiału mineralnego, natomiast wzrasta u mieszanek niedoasfaltowanych. Odnosnie do zgodności wyników w stopniach pęknięcia to największe odchylenia przypadają w granicach 3 — 6°, poniżej i powyżej wyniki są zazwyczaj bardziej zgodne. Wielkość błędu czasu zagłębienia się igły jest nieregularna i trudna jak dotychczas do opanowania, naogół błąd czasu jest większy u mieszanek niedoasfaltowanych a pozatem rośnie z samym czasem czyli im przebijanie trwa dłużej tem mniejsza zgodność wyników.

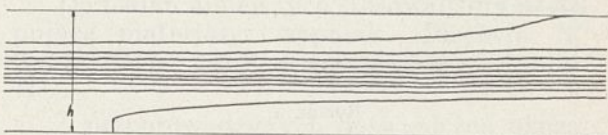
Zgodność w reprodukcji przeprowadzanych doświadczeń przedstawia wykres następný (rycina 6).

Porównując wyniki badań odtworzonej serji brykietów „b” z pierwotną serją „a” (rodzaj i grubość ziarna wapniaka jak również rodzaj i % asfaltu te same) widzimy, że przy zachowaniu wyżej podanej metodyki pracy łatwość reprodukcji tak brykietów jak i wyników badania ich na aparacie jest stosunkowo wielka, co wynika ze zgodnego biegu krzywych stopni pęknięcia, wysokości brykietów, granicy wytrzymałości plastycznej i czasu zagłębienia się igły.

W mieszankach przeasfaltowanych możliwość wyznaczenia granicy wytrzymałości plastycznej zaczyna się w pobliżu najodpowiedniejszego stosunku asfaltu do wapniaka, gdyż przy silniejszym przeasfaltowaniu diagram ruchu igły nie wykazuje charakterystycznego przegięcia (Ryciny 7a i 7b) stąd trudność jej wyznaczenia.



Rycina 7a.



Rycina 7b.

Diagram ruchu igły przy badaniu brykietów przeasfaltowanych (h wysokość brykietu).

Wapniak „Piechcin N” (tablica II) o grubości ziarna 900 — 49000 oczek/cm²; Asphalt „Nr. 7” (tablica III) w ilości 11% (a) i 9% (b).

W okresie tym wobec braku pęknięć jedynym wskaźnikiem własności brykietu jest czas zagłębiania się igły, który przy stałej szybkości obrotowej aparatu notującego (bębna) widoczny jest z ilości⁶⁾ nakreślonych

zwojów (vide Ryc. 7a i 7b). Większa ilość zwojów na Ryc. 7b wskazuje na większą zwarłość brykietu na skutek mniejszego „przeasfaltowania”.

d. c. n.

Analiza chemiczna ultramaryn

Analyse chimique des outremers

MIECZYŚLAW DOMINIKIEWICZ

Dział Chemji Państwowego Zakładu Higjenu w Warszawie

Nadeszło 7 września 1933

Analiza chemiczna ultramaryn, wykonywana dla celów naukowych, wymaga znacznie większej precyzji, niż zwykła analiza techniczna dla celów przemysłowych. Wskazówki przytaczane w podręcznikach¹⁾ są raczej przeznaczone dla potrzeb technicznych. Mogą one posłużyć dla orientacji ogólnej, lecz są niewystarczające w szczegółach i nastęrczają trudności, których indywidualne pokonywanie bardzo odbija się na wyniku ostatecznym analizy. Prócz tego niezbędne jest korzystanie ze wskazówek do analizy glinokrzemianów, do których ultramaryny należą, wreszcie i z prac rozsianych w piśmiennictwie periodycznym. Niektóre szczegóły, niezbędne przy badaniach naukowych, wcale nie są uwzględnione w podręcznikach technicznych.

Z tych względów scalenie metodyki naukowego badania ultramaryn wydaje się postulatem aktualnym i pożytecznym. Zadanie to podejmujemy na podstawie bogatego doświadczenia osobistego, które doprowadziło do wprowadzenia własnych ulepszeń i metod.

Ultramaryny techniczne, w postaci wypuszczanej przez fabryki, chyba tylko wyjątkowo mogłyby nadawać się jako materiał wzorcowy odpowiedni do badań nad budową tych związków. Pozatem niezbędne są wyczerpujące informacje chemiczne i techniczne, dotyczące przygotowania i charakteru materiału. Za najstosowniejszy należy uznać taki przypadek, w którym uda się uzyskać całkowity materiał danej fabryki w postaci kompletu osądów, otrzymanych przez zmiełenie stopu ultramarynowego, jego wyplawienie i rozdzielenie na frakcje. Lecz nawet i w tym przypadku możemy mieć do czynienia nie ze związkami chemicznie jednorodnymi, lecz z mieszaniną kilku związków, do której dołączają się jeszcze i zanieczyszczenia surowcami wyjściowymi (kaolin, krzemionka)

oraz wytworami ich przeobrażeń, powstającymi podczas reakcji (kaoliniany sodowe).

Większość tych zanieczyszczeń, niestety, nie daje się z ultramaryn fabrycznych usunąć przez dalsze zabiegi w pracowni. Próbkę można tylko pozbawić zanieczyszczeń rozpuszczalnych (soda, siarczan sodowy) i siarki, co też skrupulatnie musi być dokonane. Jest bardzo znamienne, że wszystkie ultramaryny techniczne podczas suszenia już w 100° ujawniają zapach spalanej siarki, niekiedy dość intensywny, co może być przyczyną zmian chemicznych związku. Siarka wolna, obecna w postaci bardzo subtelnie rozproszonej, bardzo trudno rozpuszcza się w siarczku węgla²⁾ i dlatego ekstrakcja ultramaryny tym rozpuszczalnikiem nie może pozbawić jej tego zanieczyszczenia. Do tego celu stosuje się ogrzewanie z rozcieńczonym roztworem siarczynu sodowego, który stosownie do reakcji: $SO_3'' + S \rightarrow S_2O_3''$ przemienia siarkę wolną na tiosiarczan sodowy. Woda dystylowana, używana następnie do wymywania, winna być wolna od CO_2 , którego nieraz pokaźną ilość zawiera. Ultramaryna bowiem jest wrażliwa na kwas węglowy, który działa na nią w słabym stopniu rozkładająco. B. Szyszkowski³⁾ reakcję tę zastosował do pomiarów fizykochemicznych.

50 g ultramaryny rozetrzeć z wodą, rozcieńczyć litrem wody i pozostawić na czas dłuższy do ustania się. Dodatek niewielkiej ilości alkoholu przyspiesza opadanie osadu. Po zlanu wody wymywanie i dekantację powtarzamy jeszcze raz. Pożądane jest możliwie dokładne opadnięcie osadu, ponieważ oddzielenie miału zawieszzonego nie jest wskazane. Zasadniczo bowiem ultramaryny są nie tylko mieszaninami ziarn różnej wielkości, lecz także i związków różnych. Przy pierwszym wymywaniu można część miału lekkiego zlać, przy drugim zaś i ewentualnych następnych należytego unikać.

⁶⁾ O ile dżagram ruchu igły posiada dużą ilość zwojów, a zwłaszcza jeśli one zachodzą na siebie, to wygodniej jest mierzyć czas stoperem.

¹⁾ Lunge-Berl, Chem.-techn. Unters. Meth., t. IV, 820 (1924).—F. Ullman, Encyklopedja X, 242 (1932).—W.F. Hillebrand, Analyse der Silikat und Karbonatgesteine.

²⁾ Treadwell, Anal. Chem., t. I, 344 (1930).

³⁾ Z. physik. Chem. 63, 421,

Osad pozostały po ostatecznym zlanii wody przenosi się do parownicy litrowej, dolewa litr 2%-owego roztworu siarczynu sodowego i mieszając co pewien czas odparowuje prawie do sucha. Pozostałość rozrabia się ciepłą wodą, zawiesinę przelewa do zlewki, rozcieńcza do 1½ litra i pozostawia do ustania się, ewentualnie z dodatkiem alkoholu. Następnie zlewa się wodę, pozostałość miesza ze świeżą jej porcją i dekantuje ponownie. W miarę ubywania siarczynu sodowego osad ultramariny osadza się coraz trudniej, dodatek alkoholu staje się wtedy niezbędny. Wymywanie ultramariny wodą gorącą nie jest wskazane ze względu na częściową, aczkolwiek minimalną hydrolizę związku⁴). Po dostatecznym wymyciu i stwierdzeniu zapomocą chloru barowego nieobecności siarczynu i siarczanu ultramarinę odsącza się na lejku Büchnera, suszy w 100° wraz z sączkiem, poczem zdejmuje sączek, uciera i suszy w 120° i wreszcie w 140° w ciągu 24 godzin. Ciepłą jeszcze ultramarinę przenosi się do słoika i przechowuje szczelnie zamkniętą.

Próby w ten sposób oczyszczone można ogrzewać powyżej 150° bez zmian dostrzegalnych, zapach siarki więcej się już nie ujawnia.

Do analizy bierze się 0,5 — 0,6 g ultramariny, zważonej w małej probówce zamkniętej, której zawartość wysypuje się bezpośrednio do miseczki porcelanowej z 25 cm³ wody, względnie do innego stosownego naczynia. Roztworzenie ultramariny, które teraz ma nastąpić, jest czynnością decydującą o wartości całej analizy. Ma ono na celu rozkład, rozpuszczenie ultramariny i utlenienie siarki na kwas siarkowy. Stosuje się do tego celu czysty kwas azotowy i brom.

Z natury chemicznej ultramaryn wynika, iż nie mogą one rozpuszczać się w kwasach. Pod ich działaniem związki te ulegają natychmiastowemu rozkładowi, przyczem część siarki uchodzi w postaci siarkowodoru, część zaś wydziela się w postaci osadu. Do roztworu przechodzi glin (oraz ślady żelaza) i sód oraz przejściowo krzemionka, która bardzo szybko zaczyna wydzielać się w postaci gelu. Przy zastosowaniu kwasu azotowego i bromu siarka szybko utlenia się i przechodzi do roztworu, tak iż pozornie całość zdaje się narazie rozpuszczać, tworząc roztwór, dający się dość łatwo przesączyć. Doświadczenie poucza, iż wszystkie ultramariny zawierają zawsze pewną ilość substancji nierozpuszczalnej, zabarwionej ryzo lub brudno-szaro, o cechach osadu bezpostaciowego (kłaczkki galaretowate).

Zachodzi pytanie, czy pozostałość tę należy uważać za zanieczyszczenie substancja-

mi ziemistemi, towarzyszącymi surowcom stosowanym do wyrobu ultramaryn — kaolino- wi, krzemionce, sodzie i siarczanowi sodowemu, czy też pochodzi ona z rozkładu samego związku, stanowiąc istotną jego część. Sprawa jest bardzo ważna, ponieważ w przypadku pierwszym zawartość zanieczyszczeń winna być odjęta od wziętej ilości ultramariny, zaś wynik analizy obliczony na resztę (przesącz), w drugim zaś to nie byłoby potrzebne.

W związku z tem pozostaje zagadnienie oznaczania ilości zanieczyszczeń ziemistych, które autorowie niemieccy oznaczają nazwą „Tonrückstand”, podając w wielu przypadkach ich ilość (od 1 do 3%). Czynną to jednak nie wszyscy, i w przeciętnej literaturze niema żadnych wiadomości ani o istocie tego zanieczyszczenia ani o metodach jego oznaczania.

W tym punkcie analizy ultramaryn kryje się nieporozumienie, które winno być wyjaśnione. Niewątpliwie, iż surowce ultramarynowe, a zwłaszcza kaolin, mogą zawierać pewną ilość zanieczyszczeń ziemistych nierozpuszczalnych w kwasach (np. piasek lub grudki mineralów). Mogą się nawet zdarzyć przypadki zanieczyszczenia ultramaryn cząstkami odłupanych tygli szamotowych. Ilość tych zanieczyszczeń nie powinna jednak przekraczać ułamka procentu, wbrew temu, co wykazują niektóre liczby znalezionej „Tonrückstandu”. Poza tem wydaje się zupełnie bezsporne, że ultramariny mogą zawierać także i pewną ilość niezmiennego kaolinu, który również w kwasach jest nierozpuszczalny. Jednakże metoda roztwarzania ultramaryn zapomocą kwasu azotowego i bromu wyklucza możliwość oznaczenia ilości tych zanieczyszczeń, co stanowczo stwierdziliśmy w dotychczasowej naszej pracy.

Zanieczyszczenia ziemiste niewątpliwie pozostają nierozpuszczone podczas roztwarzania, lecz nie cała część nierozpuszczona z nich wyłącznie się składa. Główną jej ilość stanowi krzemionka, której pewna ilość od razu wydziela się w procesie roztwarzania. Im dłużej zwlekać z przesączeniem roztworu, tem bardziej utrudnia się przesączenie i zwiększa ilość powyższej substancji. Zasadniczo należy przystąpić do odsączania najpóźniej w ciągu 5 — 7 min po dodaniu kwasu azotowego i bromu oraz ogrzaniu roztworu. W przeciwnym razie wogóle nie będzie go można przesączyć. Lecz nawet i przy zachowaniu tych ostrożności zawartość substancji nierozpuszczalnej w jednej i tej samej ultramarynie przy kilku oznaczeniach wypada za każdym razem inna, i tylko zawartość w niej glinki utrzymuje się w granicach bliskich stałości, resztę zaś zmieną ilościowo stanowi krzemionka. Świadczy o tem następujący szereg doświadczeń:

⁴) K. Leschewski i H. Möller, Z. anorg. Chem. 209, 374 (1932).

Ultramaryna	Doświadczenie	Części nierozp. %	SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %
I	1	5,62	4,13	1,49
	2	5,96	4,51	1,45
	3	7,01	5,52	1,49
II	1	5,24	3,71	1,53
	2	7,35	5,83	1,52
	3	7,71	6,11	1,60
III	1	5,74	4,49	1,25
	2	7,35	5,80	1,55
	3	8,01	6,58	1,43
IV	1	3,416	2,44	0,97
	2	3,35	2,39	0,96
V	1	8,21	6,42	1,79
	2	8,28	6,57	1,71
	3	8,34	6,61	1,73
	4	7,69	6,14	1,55
VI	1	11,17	9,68	1,49
	2	11,54	9,64	1,90
	3	11,56	9,71	1,85

I — III: ultramaryna Setzera i Wernera, IV: ultr. niemiecka nabyta u Schuchardta, V: ultr. francuska Deschamps Freres Nr. 1. VI: ultr. francuska Guimet „Très pure”.

Ostatnia ultramaryna rzeczywiście należy do bardzo czystych ze względu na staranne przygotowanie. Czystość jej wyraża się w prawidłowym stosunku składników chemicznych i nieobecności zanieczyszczeń mechanicznych ziemistych. Mimo tego oznaczenie tych zanieczyszczeń metodą dyskutowaną daje wynik wręcz przeciwny i nie do przyjęcia. Tylko więc z ilości glinki można powziąć pewne przypuszczenia.

Z doświadczeń tych wynika, iż podstawą substancyj nierozpuszczalnych jest krzemionka, wydzielająca się w ilościach niejednakowych i przypadkowych. Prócz niej obecna jest zawsze glinika, której ilość dla poszczególnych ultramaryn różnego pochodzenia bywa jednakowa. Źródła pochodzenia tej glinki dozukiwać się trzeba nie w obecności zanieczyszczeń ziemistych w ultramarynach, lecz raczej w obecności kaolinu niezmiennego, połowicznie odwodnionego $H_6Al_6Si_6O_{24}$. Stosunek $Al_2O_3 : SiO_2$ wynosi w tym związku 1 : 1,176. Ponieważ średnio zawartość glinki w substancji nierozpuszczonej w trzech pierwszych ultramarynach wynosi 1,48%, znajdujemy na podstawie powyższego stosunku, iż zawartość kaolinu w tych próbach wynosi 3,32% (1 cz. $Al_2O_3 = 2,23$ cz. kaolinu). Znalezione więc nadwyżki winny być zaliczone na rachunek wydzielonej krzemionki.

W dalszej konsekwencji wynika, iż oznaczenie zanieczyszczeń ziemistych metodą opisaną niema żadnych podstaw, a uwzględnienie ich ilości w analizie ultramaryny może prowadzić do mylnej interpretacji składu związku. Znacznie mniejszą szkodę wyrządząmy wynikowi, nieuwzględniając zupełnie obec-

ności zanieczyszczeń ziemistych, gdyż wówczas części nierozpuszczalnej glinki i krzemionki znajdują się w ogólnej ilości tych obu składników, znalezionych w ultramarynie. Natomiast przy badaniach nad budową ultramaryn mamy wszelkie podstawy część nierozpuszczalną glinki zaliczyć na karb obecnego w związkach kaolinu niezmiennego. Winniśmy zatem z ilości glinki obliczyć zawartość kaolinu i w składzie ultramaryny uwzględnić stosowną poprawkę. W wyniku spadnie nieznacznie zawartość krzemionki i glinki, zwiększy się natomiast wydatniej ilość tlenu sodowego i siarki, czyli składników najbardziej miarodajnych dla charakterystyki badanego związku.

Przystępując do roztwarzania ultramaryny, należy z góry zdawać sobie sprawę z tego, czy oznaczenie części nierozpuszczalnych, względnie glinki w nich zawartej, ma być dokonane w celu uwzględnienia opisanej poprawki czy też nie. Jeżeli tak ma być, czynność roztwarzania winna trwać najwyżej 8 min, gdyż po upływie tego czasu ciecz nie da się przesać. Całkowite utlenienie siarki w tym przypadku jest zbędne i musi być dokonane w próbie osobnej.

Roztworzenie i utlenianie siarki ma przebieg następujący. Do parowniczk, zawierającej 0,5 — 0,6 g ultramaryny i 25 cm³ wody, wpuszcza się parę kropli bromu, który możliwie rozpuszczamy w wodzie, mieszając pręcikiem. Następnie dodaje się kroplami kwas azotowy, ustawicznie mieszając i wyczekując około 5 minut po dodaniu 2 — 3 kropli kwasu. W trakcie tego z parowniczk nie może uchodzić siarkowódór, gdyż powodowałoby to stratę na siarce. Dalsze porcje kwasu po 15 — 20 minutach dodaje się śmielej i po wlaniu około 30 cm³ kwasu parowniczkę, przykrytą szkiełkiem zegarkowym, umieszcza na wrzącej łaźni. Bez przykrycia ogrzewać nie należy, ponieważ skupione na dnie krople bromu od rozgrzania unoszą się ku powierzchni i tu pękają na bańki gazowego bromu, które rozpryskują ciecz. Jeszcze lepiej jest nie stosować wcale bromu, lecz wodę bromową, którą dolewa się od początku, dodając następnie kroplami kwas i co pewien czas ponawiając dodawanie wody bromowej. Niema wtedy obawy o rozpryskiwanie cieczy i parownicy nie potrzeba nakrywać.

Doświadczenie przekonywa, iż mimo wszelkich ostrożności częstokroć nie udaje się uniknąć straty siarki z powodu ucieczki siarkowodoru. Okoliczność ta spowodowała opracowanie innej metody roztwarzania ultramaryny i utleniania siarki przy uchyleniu jej straty.

0,5 — 0,6 g ultramaryny waży się do kolbki Kjeldahla na 100 cm³ i po dodaniu 10 cm³ wody i 10 cm³ 6%-owego roztworu czystego

azotanu miedziowego gotuje na łaźni piaskowej pod chłodnicą zwrotną w ciągu 12 *godz.* Kolbkę należy ustawić pochyło, gdyż ciecz podskakuje wrząc, po skończonem zaś ogrzewaniu chłodnicę należy starannie wypłókać wodą. Ultramarina stopniowo zmienia barwę na ciemno-brunatną i pozornie zdaje się nie ulegać rozkładowi. Narazie przypuszczałem, iż w reakcji tej odbywa się podstawienie w ultramarynie sodu przez miedź. Okazało się to niesłuszne, a doświadczenia wykazały, iż około 4/5 sodu ulega podstawieniu przez miedź, że krzemionka i glinika do roztworu nie przechodzą, natomiast odczepia się około 1/3 części siarki, która występuje w roztworze w postaci kwasu siarkowego. Niżej podana jest analiza jednego z takich wytworów miedziowania ultramariny.

	Ultramarina pierwotna	Pochodna miedziowa
Na_2O	20,93%	4,05%
Al_2O_3	26,20 „	22,87 „
SiO_2	40,80 „	39,74 „
S	11,90 „	8,35 „
CuO	—	24,78 „
	<hr/> 99,83%	<hr/> 99,79%

Do kolbki z ultramariną w ten sposób miedziowaną dodaje się kilka kropel bromu i stopniowo 25 cm^3 kwasu azotowego, dobrze wyklóca, pozostawia na 15 *min.*, poczem ogrzewa bezpośrednio we wrzącej łaźni aż do roztworzenia się ultramariny. Niema przytem obawy o ulatnianie się siarkowodoru ze względu na obecność miedzi. Po utlenieniu siarki (po 2 *godz.*) pozostaje już tylko ilościowe przeniesienie zawartości kolbki na parowniczkę w celu odparowania cieczy. Suchą pozostałość oblewa się 10 cm^3 HCl rozcieńczonego (1+1), odparowuje do sucha i parownicę ogrzewa w suszarce do 120 — 130° w ciągu godziny w celu przemiany krzemionki na postać sypką. Następnie zawartość parownicy wytrawia się na gorąco kwasem solnym (1 + 1) i przesącza, wymywając sączek kwasem i wodą. Przesącza odparowuje się do nieznacznej tylko zawartości HCl , rozcieńcza wodą i przesącza. Ciecz, ogrzewaną na łaźni, zadaje się kropla po kropli roztworem 5%-owego chlorku barowego w bardzo niewielkim nadmiarze i po zupełnem osadzeniu się osadu odsącza siarczan barowy. W ten sposób w danej próbce ultramariny oznacza się tylko siarkę.

Analizy porównawcze % S.

Ultramarina	Metodą zwykłą	Metodą nową
1	10,45	10,48
2	12,20	12,53
3	11,68	11,78
4	11,88	11,82
5	11,79	11,90
6	10,67	10,91
7	12,22	12,24
8	11,70	11,80
9	11,80	11,80
10	11,73	12,03

Oznaczenie krzemionki, glinki i sodu wykonywa się w próbce osobnej, którą rozтворя się kwasem azotowym i bromem w sposób już opisany. Po odparowaniu cieczy dolewa się jeszcze 10 cm^3 kwasu azotowego rozc., odparowuje ponownie, potem zaś jeszcze dwukrotnie po kolei dodaje po 15 cm^3 kwasu solnego (1 + 1) i ostatecznie odparowuje do sucha. Suchą pozostałość ogrzewa się w suszarce w ciągu 2 *godz.* do 120 — 130° w celu przemiany krzemionki na postać sypką i następnie na gorąco wytrawia kwasem solnym (1 + 1), biorąc go około 80 cm^3 , przyczem krzemionkę przenosi się ilościowo na sączek. Po spłynięciu kwasu sączek dwukrotnie wymywa się wodą. Przesącza odparowuje się do sucha i poraz drugi wytrawia w taki sam sposób w celu uzyskania drugiej porcji krzemionki, którą zbiera się na osobnym sączku. Niektórzy autorowie polecają jeszcze trzecie odparowanie i zbieranie krzemionki, jednakże liczne analizy przekonały o bezcelowości tego postępowania.

Połączone osady krzemionki spała się w tyglu platynowym i wyżarza na płomieniu dmuchawki do stałej wagi. Po zważeniu dodaje się do tygla kropelkę stężonego kwasu siarkowego, dolewa kwasu fluorowodorowego i odparowuje na łaźni, poczem tygiel praży lekko i wkońcu silnie. Po odkurzeniu krzemionki pozostaje w tyglu osad glinki, przechodzącej z zanieczyszczeń nierozpuszczalnych, obecnych w ultramarynie. W tym samym tyglu oznacza się następnie glinę ogólną.

Przesącza pozostały po oddzieleniu krzemionki odparowuje się w zlewce prawie do sucha, rozcieńcza 100 cm^3 wody, dodaje 3 — 4 cm^3 HCl i ogrzewa na wrzącej łaźni. Dodawszy doń miążgę otrzymaną przez rozbićcie w próbówce z wodą drobnych kłaczek z połowy sączka ilościowego (7 *cm* średnicy) z bibuły szybkosączącej, wkrapla się 8 — 10 kropel perhydroflu, poczem strąca glinę amonjakiem, dodając go ostrożnie, kroplami w bardzo niewielkim nadmiarze. Mieszaninę ogrzewa się jeszcze czas jakiś, aby usunąć ewent. nadmiar amonjaku (do minimalnego zapachu) i odstawia do ustania. Gdy to nastąpi dekantuje się ciecz przez sączek 9 *cm* średnicy, osad zaś ponownie wymywa wodą. Dekantację powtarza się trzykrotnie, przenosi wreszcie osad na sączek i wymywa wodą z dodatkiem H_2O_2 aż do zaniku reakcji z azotanem srebra. Użycie wody utlenionej i miążga z bibuły niesłychanie ułatwiają filtrację, poczem bibuła ułatwia spalanie osadu i prażenie go do stałej wagi.

Przesącza służy do oznaczenia sodu. W tym celu dodajemy doń 2 — 3 cm^3 stęż. kwasu siarkowego i odparowujemy do sucha w zlewce ze szkła odpornej. Obecny siarczan amonowy i nadmiar kwasu wykurzamy, ogrze-

wając zlewkę wprost na siatce. Pozostałość rozpuszczamy w wodzie, przesączamy do miski platynowej i odparowujemy do sucha. Następnie pozostałość lekko ogrzewamy nad płomieniem w celu wykurzenia kwasu siarkowego, dodajemy po ostygnięciu 0,1 g utartego chem. czystego węgla amonowego i miskę prażymy w temp. żaru czerwonego. Po ostygnięciu raz jeszcze dodajemy 0,1 g węgla amonowego i prażymy ostatecznie pozostały w niej siarczan sodowy do stałej wagi.

W badaniach nad budową ultramaryn wielkie znaczenie ma oznaczenie ilości i sposobu związania siarki. Pod działaniem wodnych roztw. kwasów część siarki wydziela się w postaci H_2S , część zaś w postaci siarki osadzonej. W analogji do siarczku sodowego powstać pierwszą nazywamy siarką siarczkową (*Sa*), drugą zaś siarką wielosiarczkową (*Sb*) i oznaczamy stosunek *Sa* : *Sb*. Stosunek ten odnajdujemy, działając na ultramarynę kwasami i oznaczając ilość wywiązującego się siarkowodoru. Można dokonać tego rozmaitemi sposobami, np. pochłaniając siarkowódor w wodzie barytowej i utleniając go na kwas siarkowy, który równocześnie strąca się w postaci siarczanu barowego (Ritter⁵). Posługiwano się też metodą utleniania siarkowodoru zapomocią nadmanganianu potasowego (Knapp i Ebel⁶). R. Hoffman⁷) opracował metodę jodową, polegającą na następującym szeregu reakcyj:

1. $H_2S + J_2 = S + 2HJ$,
2. $2(H_2S_2O_3) + J_2 = H_2S_4O_6 + 2HJ$,
3. $H_2SO_3 + J_2 + H_2O = H_2SO_4 + 2HJ$.

Sposób najprostszy polega na rozkładzie ultramaryny rozcieńczonej kwasem siarkowym w strumieniu czystego azotu. Siarkowódor pochłania się w 0,1 n roztworze jodu, poczem nadmiar jodu miareczkuje tiosiarczanem sodowym.

Analizy ultramaryn.

Ultramaryny Setzera i Wernera, Warszawa (osady ultramarynowe fabryczne)⁸)

	I	II	III	IV	V	Średnia dla całości
Na	14,28%	15,20%	14,80%	14,72%	14,19%	14,64%
Al	13,60%	13,26%	13,49%	13,53%	13,76%	13,53%
Si	19,49%	19,48%	19,35%	19,33%	19,72%	19,47%
S	12,22%	11,73%	11,80%	11,71%	11,00%	11,69%
O	40,41%	40,90%	40,56%	40,71%	41,33%	40,67%

⁵) Unters. des nat. u. künstl. Ultr. Göttinger 1860. Chem. C. 1860. str. 705 i 727.

⁶) Polyt. Journ. 229, 69 — 173.

⁷) R. Wagners Jahresber, roczniki: 1873 i 1875.

⁸) Numeracja osadów odpowiada kolejności ich osadzenia się, czyli osady są coraz lżejsze.

Ultramaryny niemieckie.

	Z firmy Schuchard	Leverkus i Syn w Rydze OOOL (przedwojenna)
Na	15,72%	16,06%
Al	14,24%	15,57%
Si	18,92%	17,68%
S	11,82%	11,00%
O	39,30%	39,69%

Praca analityczna wykonana była przy wydatnym współdziałaniu p. St. Jurkowskiego, za co składam mu uprzejmie podziękowanie.

ZUSAMMENFASSUNG.

Der Verfasser bespricht die Methodik der Ultramarinanalyse für wissenschaftliche Zwecke, da dieselbe in der Handlitteratur nicht genügend berücksichtigt ist. Bei Untersuchungen über den Bau der Ultramarine ist zu berücksichtigen, dass die Ultramarine keine reinen Verbindungen, sondern isomorphe Mischungen darstellen, welche noch mit manchen Ausgangsprodukten sowie Reaktionszwischenprodukten verunreinigt sein können. Besonderer Kritik bedarf die Frage des sogenannten Tonrückstandes, dessen Menge von verschiedenen Autoren verschieden angegeben wird. Es gibt keine sichere Methode zur Bestimmung dieser Verunreinigung, da beim Aufschliessen der Ultramarine mit Salpetersäure und Brom sich zugleich eine gewisse Menge von SiO_2 abscheidet, welches mit der eigentlichen Verunreinigung auf dem Filter gesammelt wird. Durchgeführte Versuche beweisen, dass jedes Ultramarin für den Tonrückstand je nach der Behandlungsweise verschiedene Werte ergibt. In diesem Rückstand bleibt nur der Al_2O_3 -Gehalt konstant, während für SiO_2 immer verschiedene Werte ausfallen. Daraus folgt, dass als Quelle für Al_2O_3 nur unverändertes Kaolin angenommen werden kann; dies verlangt eine entsprechende Korrektur bei Berechnung der Analysenergebnisse. Die Bestimmung des verunreinigenden Al_2O_3 muss natürlich in einer besonderen Probe ausgeführt werden.

Bei Bestimmung des Schwefels droht die Gefahr des Verlustes durch das Entweichen des H_2S beim Zersetzen des Ultramarins mit Säure. Der Verfasser gibt eine Methode zu diesem Zwecke an: 0,5 — 0,6 g Ultramarin wird mit 15 cm^3 Wasser und 10 cm^3 5%-iger $Cu(NO_3)_2$ -Lösung in einem kleinen schräg befestigten Kjeldahlkolben während 12 Stunden unter Rückfluss gekocht, mit 25 cm^3 HNO_3 und einigen Tropfen Brom versetzt und im kochenden Wasserbade erhitzt. Nach 2 Stunden wird die Flüssigkeit in einer Schale auf dem Wasserbade abgedampft, mit 10 cm^3 HCl (1 + 1) versetzt, wieder zur Trockne abgedampft und im Trockenschrank eine Stunde bis 130° erhitzt. Darauf folgt Behandlung des Rückstandes mit Salzsäure, Filtrieren der Lösung, Abdampfen der Säure und Bestimmung der Schwefelsäure als $BaSO_4$.

Der Verfasser fügt noch allgemeine Ratschläge zur Reinigung des Analysenmaterials sowie zur Bestimmung der sonstigen Bestandteile hinzu und gibt die Analysenergebnisse von einigen technischen Ultramarinmarken an.

Wiadomości bieżące.

Nouvelle du jour.

VII Zjazd Naftowy. Dn. 28 września odbyło się w Borysławiu w lokalu Stow. Pol. Inżynierów Przem. Naft. posiedzenie Rady Zjazdów Naftowych, na którym omawiano sprawę organizacji VII Zjazdu Naftowego w dn. 8, 9 i 10 grudnia b. r. Ustalono definitywnie dwa główne problemy zjazdu: a) przedstawienie faktycznego stanu złoża borysławskiego pod względem zapasu ropy i gazu rozkładu ciśnienia złożowego, postępu zawadnienia i rozpatrzenie sposobów dalszego zrationalizowania eksploatacji i ożywienia produkcji; b) omówienie kierunków pracy zmierzających do zwalczania obecnego kryzysu tak w dziedzinie gospodarczej jak technicznej.

Poza powyższym problemem przewidziane są referaty w sekcji rafineryjnej i pewna ilość referatów na tematy wolne i krótkie komunikaty o ostatnich postępach wiedzy technicznej, wynalazkach i nowych produktach naftowych. Komunikaty takie winny być w miarę możliwości ilustrowane pokazami modeli i próbek, które byłyby wystawione w lokalu zjazdu.

Program zjazdu w ogólnych zarysach będzie się przedstawiał następująco:

8.XII (piątek) po południu otwarcie zjazdu, referaty ogólne i gospodarcze,

9.XII (sobota) rano i popołudniu posiedzenia w sekcjach kopalnianej i rafineryjnej,

10.XII (niedziela) rano, referaty ogólne, uchwalenie rezolucyj, zamknięcie zjazdu; po południu wycieczki.

W programie wycieczek przewiduje się zwiedzenie: rygu normalnego w ruchu w Mrażnicy i rygu rotacyjnego w Modryczu (z odczytami), gazoliniami „Gracja” w Borysławiu, urządzeń krakingowych w rafinerji „Galicja” w Drohobyczu, Instytutu Geologiczno - Naftowego w Borysławiu i źródłu w Truskawcu.

Sprawę przyjmowania wniosków o nadanie Medalu im. Łukasiewicza uchwalono odłożyć do następnego roku. Termin nadsyłania zgłoszeń referatów upływa z dn. 1 listopada zaś streszczeń tychże z dn. 15 listopada. Streszczenia referatów ukażą się w druku w numerze zjazdowym „Przeglądu Naftowego”. Adres Komitetu Organizacyjnego VII Zjazdu Naftowego: Borysław, Stowarzyszenie Polskich Inżynierów Przemysłu Naftowego, ul. Kościuszki 75. tel. 101.

VII Achema odbędzie się ostatecznie 18—27 maja 1934 w Kolonji równocześnie z Walnem Zgromadzeniem V. d. Ch. i innych związków.

Ústav pro Vědecký Výzkum Uhlí (Węglowy Instytut Badawczy) jest instytucją nawskroś młodą i istniejącą zaledwie od lat kilku. Nie posiada on jeszcze własnych tradycji i metod uświęconych latami, panuje tam jednak zapał do pracy i myśl twórcza. Kierownik Instytutu, Dr. inż. Břetislav Šimek, człowiek młody, potrafił sprostać zadaniu, jakim go obarczono. Instytut rozwija się w gwałtownym tempie, łśni nową i bogatą aparaturą, stwarza szerokie pole do prac badawczych. Zwiedzając Ústav, wczułem się w dodatnie cechy czechosłowackich instytucyj naukowych i przemysłowych: w ów młodzieńczy pęd rozwojowy, gorączkę pracy i wybitną wiedzę pracowników. Nie spostrzegąco się tam piętna kryzysu światowego. Przemysł węglowy zapewnił Instytutowi możność rozwoju.

Pierwszy kierownik Ústavu, dr. Hans Tropsch, zainicjował szereg prac badawczo-naukowych, prac, które nosiły charakter bardziej teoretyczny. Břetislav Šimek nie zarzucił myśli twórczych swego poprzednika, nadał jeno Instytutowi kierunek bardziej technologiczny, ściśle wiążący go z potrzebami przemysłu węglowego.

W Ústavie pro Vědecký Výzkum Uhlí, w ciągu kilku lat jego istnienia, wykonano wiele prac, ogłaszanych stale w czasopiśmie: „Zprávy Ústavu pro vědecký výzkum Uhlí v Praze”. Prace, wykonywane w Ústavie, dotyczą problematów teoretycznych i technologicznych. Do prac teoretycznych zaliczyć należy badania nad strukturą węgla kamiennych i brunatnych, bituminami węglowymi, również badania fizyko-chemiczne węgla i koksów. W dziale analitycznym Instytutu opracowywane są metody dotyczące oznaczania wilgoci w węglach zawartości azotu i siarki, topliwości popiołów i wiele innych. Prowadzone są systematyczne badania nad węglami czechosłowackimi, nad koksowaniem i półkoksowaniem węgla kamiennych i brunatnych. Z prac technologicznych, wykonywane są obecnie badania nad wyzyskaniem smoły węglowej i gazu węglowego. Są prowadzone prace na skalę pół-techniczną uwodarniania smoły węglowej i jej frakcyj, w autoklawach pod zwiększonym ciśnieniem i w wysokich temperaturach, w celu otrzymania lekkich benzyn; wykonano również szereg badań, dotyczących uwodorniania tlenu węgla, w związku z otrzymywaniem węglowodorów aromatycznych, głównie benzolu. Prowadzono również prace nad krakowaniem smoły z węgla brunatnych, nad rafinowaniem benzolu i inne.

H. Tropsch, za czasów swej bytności w Instytucie, wykonał szereg doskonałych badań, dotyczących pirogenetycznego rozkładu metanu i etylenu, również nad syntezą benzenu z metanu i wykorzystania gazu wodnego w celu otrzymywania cennych benzyn. Prace powyższe są dalej prowadzone w Ústavie. Podany skrót prac i zagadnień daje dostateczne wyobrażenie o żywotności Ústavu pro Vědecký Výzkum Uhlí. Zakres tych prac jest olbrzymi i potrzeba wielu wysiłków i wiele dobrej woli, ażeby sprostać zamierzeniom. Dotychczasownicy Ústavu dzielnie sobie dają radę i Instytut rozwija się znakomicie. Należy przypuścić, że wkrótce Ústav stanie się przykładem dla wielu pracowni badawczych, jest on bowiem instytucją ożywioną duchem pracy i posiadającą doskonałych organizatorów i pracowników.

Dr. inż. Józef Dubois.

Czysty alkohol metylowy, jak twierdzi P. Píkos, nie jest trujący. Zanieczyszczenia zachodzące w handlowych metanolach są: acetylo-octan etylowy, aceton, etylometyloketon; alkohol, aldehyd, cyjanek i siarczek allilowy; aldehyd krotonowy, trój- i dwuacetonamina, aldehyd mrówkowy, metyloamina, kwas metyloarsinowy, siarczek i wodorosiarczek metylu, pinakolina, propylo-metylo-ke-ton, trójmetylo-amina, trójmetylo-arsina. Zanieczyszczenia te, przynajmniej niektóre z nich znajdują się również w metanolu syntetycznym. Już zwykła próba zapachu pozwala je zauważyć: Do dwu parowniczek wlewa się po 50 cm^3 wody studziennej i po 10 cm^3 alkoholu etylowego i metylowego. Zapach alkoholu etylowego jest czysto słodkawy podczas gdy alkohol metylowy „czysty”, handlowy okazuje charakterystyczny obcy za-

pach. Można jednak łatwo otrzymać rzeczywiście czysty metanol, który tego zapachu nie wykaże; niestety P. Pikos nie podaje sposobu oczyszczania. Z pośród podanych zanieczyszczeń: aldehydu mrówkowego nie należy uważać za trujący, bo wiadomo, że wielka ilość środków leczniczych, szczególnie dla odkażania jamy ustnej, oparta jest właśnie na metanolu. Zupełnie nieszkodliwy jest metanol, nawet handlowy, przy użyciu zewnętrznym. P. Pikos przyrządzał z oczyszczonego alkoholu metylowego (drzewnego) likieri, które pił sam i inni bez szkody. Tak oczyszczony, bezwonny metanol poleca on także do celów perfumeryjnych. Oczywiście projekty te są bez znaczenia wobec istniejących zakazów prawnych.

Przemysł potasowy Stanów Zjednoczonych Am. Płn. rozwija się poważnie, aczkolwiek jest oparty na rozmaitych źródłach. Potas dobywa się z solanek w Searles Lake w Kalifornji, z odwarów gorzelniczych, z pozostałości z pieców cementowych, w kopalniach soli w Trona w Kalifornji oraz obecnie głównie przez U. S. Potash Comp. z sylwinitu w Carlsbad w Nowym Meksyku. Złoża nowo-meksykańskie mogą podobno uniezależnić U. S. A. od importu z Europy. Jak dotąd produkcja własna w r. 1932 wyniosła ca 130.000 t (o 7% więcej niż 1931); import wynosił jeszcze ca 300.000 t, wartości 8,84 milj. dol., eksport prawie 17.000 t wartości 0,29 milj. dol.

Książki i czasopisma nadesłane do Redakcji

Livres et journaux envoyés à la rédaction

D'Ans. *Die Lösungsgleichgewichte der Systeme der Salze ozeanischer Salzablagerungen.* Nakładem Kali-Forschungs-Anstalt G. m. b. H. Berlin, Verlagsges. für Ackerbau. 1933.

Dzieło to, składające się z przeszło 200 stron tekstu i 31 tablic, ma stanowić przejrzyste zestawienie całego dotychczasowego materiału z tej dziedziny. Materiał ten jest krytycznie opracowany i uzupełniony kontrolnymi oznaczeniami, wykonanymi w laboratorium Kali Forschungs-Anstalt. Należy podziwiać ogrom pracy tu włożonej, jeśli zwążywszy, że należało uwzględnić przeszło 600 prac, wyniki których przeważnie były między sobą sprzeczne. Autor miał jednak do pomocy szereg współpracowników.

Oprócz zestawienia danych rozpuszczalności, co głównie stanowi o wartości całego dzieła, został podany krótki opis graficznych metod przedstawiania stanów równowag niejednorodnych. Autor podnosi znaczenie swej metody przedstawiania stanów równowag w układzie cztero i pięcioskładnikowym, nawiązując ją do prac Phillipsborna, które pozwalają na odczytywanie bezwzględnych koncentracji poszczególnych składników. Wynikałoby z tego, że dotychczasowo powszechnie używany sposób Janeckiego mniej do tego się nadaje i może być nawet źródłem poważnych błędów. Podając metodykę oznaczeń rozpuszczalności autor wprowadza pojęcie „Präzisionslöslichkeitsbestimmung”, w wyniku czego rozpuszczalność miałyby być pewną stałą fizyko-chemiczną, wolną od znaczących wahań, tak jak inne stałe fizyko-chemiczne. Jednak trudno jest sądzić, by tak się stało, bo każde oznaczenie rozpuszczalności jest w pierwszym rzędzie zależne od kinetyki całego procesu rozpuszczalności, czyli od zjawiska mało zbadanego, zwłaszcza w układach wyżyskładnikowych. Wobec tego używane do tego czasu metody mogą być uważane jako konwencjonalne, mniej lub więcej celowe, zaś jako bezwzględne trudno je uważać. Autor prawie nic nie wspomina o prędkości rozpuszczania i ustalania się stanów równowag. Na skutek nawału materiału powstały pewne usterki w zestawieniu, mianowicie pole istnienia leonitu istnieje w izotermie 85° w układzie $K_2Cl_2 + MgSO_4 = K_2SO_4 + MgCl_2$, natomiast na politermie leonit zanika w 65°.

Ponieważ dzieło to jest jedynym zestawieniem prawie półwiekowej pracy całego szeregu uczonych, wśród których pierwsze miejsce zajął Vant' Hoff — ukazanie się go należy uważać za zjawisko pierwszorzędnej wagi i jedyne w swoim rodzaju, tembardziej, że powstało ono z inicjatywy kół związanych z przemysłem potasowym Niemiec.

Dzieło to będzie przez długi czas biblią dla każdego, kto chce jako tako poważnie pracować w dziedzinie roztworów wodnych nasyconych; zwłaszcza w naszych warunkach, powoli rozwijającego się przemysłu solnego, książka ta powinna być gruntownie przyswojona przez każdego, kto w tym przemyśle pracuje. Fakt, że książkę tę dostali w pierwszym dniu jej ukazania się wszyscy kierownicy fabryk soli potasowych w Niemczech, niech i dla nas będzie przykładem, godnym naśladowania.

Dr. L.

Dr. Marcel Patry: *Combustion et détonation des substances explosives.* Paryż 1933. Herman et Cie. str. 182. 8°. Cena fr. fr. 45.—

Opisawszy użyte do badań materiały wybuchowe, w szczególności inicjujące, głównie piorunian rtęci, oraz ich sposoby przygotowania i niektóre właściwości, autor opisuje badania nad wpływem ciepła na te substancje w szczególności podaje metodę badania ich rozkładu i zapłonięcia w temperaturze stałej. Wyjaśnia on także wpływ ciśnienia w komorze wybuchowej i niektóre inne czynniki. Dalej zwraca się autor do studjum fali wybuchu w substancjach inicjujących metodą Malard-Le Chatelier oraz w materiałach wybuchowych wtórnych. Bada on metodą fotograficzną wybuch i towarzyszące mu zjawiska świetlne. Dalej podaje nową optyczną metodę pozwalającą na fotograficzne uchwycenie zjawisk niewidzialnych przy wybuchach, szczególnie w powietrzu jako ośrodka. Wreszcie stosuje powyższe metody do zagadnienia przenoszenia się detonacji w powietrzu a szczególnie do badania granicy odległości, po przekroczeniu której fala wybuchu środka inicjującego nie zdolna już jest wywołać wybuchu we wtórnej substancji wybuchowej.

Dokładny opis wielu materiałów i metod, podający nowe dane i drogi czyni tą pracę cennym nabytkiem dla zajmujących się tak ważną obecnie dziedziną materiałów wybuchowych inicjujących.

Dr. Gösta Angel: *Die Alkalichloridelektrolyse in Diaaphragmazellen.* Eine theoretische und experimentelle Untersuchung. Berlin 1933. Verlag Chemie. Cz. I str. 126 cena RM. 12.—

Autor bada zjawiska zachodzące przy elektrolizie chlorków alkalicznych w elektrolizerach z diafragmami, co ma znaczenie tak naukowe jak i praktyczne. Podając krytycznej ocenie dawniejsze, nieraz ze sobą sprzeczne, poglądy, wywodzi

on na nowych podstawach zarys teorii tych metod. Wykazuje on, że skład elektrolitu można z wielką dokładnością z góry obliczyć, poczem daje się ustalić cały szereg jego właściwości fizycznych. Teoretyczne te wywody popiera autor przez liczne i dokładne pomiary, podkreślając znaczenie odnośzenia danych eksperymentalnych do stanu ustalonego, co pozwala w prosty sposób stwierdzić zaistnienie takiego stanu. Tą drogą udaje się autorowi z niespotykaną dotąd pewnością określić wydajność prądu, jako funkcję stężenia zasady alkalicznej.

Edward Olszewski: *Produkcja kwasów solnego i octowego ze stanowiska bezpieczeństwa i higieny pracy.* Warszawa 1933 Instytut Spraw Społecznych, Sprawy Bezpieczeństwa i Higieny Pracy Nr. 1 str. 120. 8°. Cena zł. 4.—

Autor podaje na wstępie stan tego przemysłu u nas i próbuje oświetlić statystycznie stan zdrowotny w jego obrębie. Właściwą treścią pracy jest szczegółowy opis czynności stosowanych w obu przemysłach w oświetleniu, że tak powiem, od strony robotnika. Opis obejmuje zwykle same czynności związane z procesem z wyliczeniem niebezpieczeństw przy nich groźących, przyczem uwzględniony jest aktualny stan rzeczywisty krajowego przemysłu, dalej przykłady wypadków, potrzebne środki zabezpieczające, tak materialne jak organizacyjne i moralne. Środki te podane są w szerszym ujęciu jeszcze w końcowym aneksie. Znajomość powyższej pracy u prowadzących tę produkcję uznać należały za niezbędną. Ale i inną jeszcze wartość ma powyższa praca: daje ona bardzo szczegółowy wgląd w samą

fabrykację i aczkolwiek nie jest ujęta wyłącznie ze stanowiska rentowności jest jednak świetnym uzupełnieniem tego rozdziału technologii i może przydać się każdemu technologowi jak i studentom chemii jako walna pomoc dla wyobraźni, ułatwiająca plastyczne ujęcie zwykle dość oschłego podręcznikowego opisu.

Inż. Kazimierz Zórawski: *Przemysł Ceramiczny i cementowy ze stanowiska bezpieczeństwa i higieny pracy.* Warszawa 1933 Instytut Spraw Społecznych. Sprawy Bezpieczeństwa i Higieny Pracy Nr. 2 str. 168. 8°. Cena zł. 4.—

Rozdziały: Przepisy obowiązujące. Urządzenia mechaniczne w przemyśle ceramicznym. Przebieg wyrobu poszczególnych produktów ceramicznych z punktu widzenia higieny i bezpieczeństwa pracy. Urządzenia higieniczne i środki ochrony zatrudnionych. Uzupełnienia (statystyka i przegląd wypadków). O książce tej należy powiedzieć to samo co i o poprzednio zreferowanej z tem jednak, że jak wynika z natury tego przemysłu, wielką wagę tu mają czynności mechaniczne i co zatem idzie niebezpieczeństwa groźące ze strony urządzeń maszynowych jak również i od ewentualnie nieodpowiedniego tempa pracy. Rozumie się, że i bardziej chemiczna — od natury materiału zależna część fabrykacji została szczegółowo i w pełni uwzględniona. Jeżeli Instytut Spraw Społecznych będzie dalej opracowywał w ten sposób i inne dziedziny technologii chemicznej powstanie sui generis encyklopedia technologii chemicznej w odmiennym naświetleniu, która wyprzedzi nieistniejącą u nas właściwą encyklopedję technologii chemicznej.

ERRATA.

W zeszytce 8/9 naszego pisma, skutkiem niedopatrzzenia, streszczenie pracy p. inż. L. Kowalczyka dostało się do druku w pierwotnej nieskorygowanej postaci. Wobec tego podajemy je tutaj w postaci prawidłowej (Red).

The English summary of Mr. L. Kowalczyk's paper on the heat of synthesis of ammonia (this Journal, 1933 number 8/9) was published by oversight in its original uncorrected form. We now give the corrected summary.

SUMMARY.

Heat of synthesis of ammonia as a function of pressure and temperature.

1) The thermodynamical properties of ideal gases have been compared with those of imperfect gases, special attention being paid to isothermal processes. The essential difference was found to lie in the characteristic equations:

$$pv = RT \quad \text{for ideal gases.}$$

$$pv = RT + N \quad \text{for imperfect gases.}$$

2) A general method of determining the specific heat of imperfect gases at constant pressure C_p has been given (based on van der Waals equation).

3) A theoretical equation for C_p of imperfect gases has been given and a graphical method of determining C_p as a function of T has been worked out, the experimental data for 1 atm being taken as a basis. Specific heats at constant pressure for hydrogen, nitrogen and ammonia have been calculated for temperatures from 0°K to 1200°K and pressure from 0 to 3000 atmospheres. It was found that the theoretical curves $C_p = f(p, T)$ for H_2 , N_2 and NH_3 are analogous to those found experimentally for water vapour, air, ammonia etc.

4) A general form of Kirchhoff's law: $\Sigma dI = dU$ has been deduced from theoretical considerations on the heat

of reactions in gaseous systems. This equation has been discussed for separate thermodynamical processes and a general thermodynamical equation for the heat of reaction in a gaseous system has been found:

$$U_{p,T} = U_0 + \Sigma \int_{T_0}^T C_p dT + \Sigma \int_{p_0}^p dI_T$$

The method of calculating the heat of reaction for a given point (p, T) has been outlined.

5) The heat of formation of ammonia from nitrogen and hydrogen has been evaluated for the same pressures and temperatures as those used when calculating the specific heats of the reacting gases, Haber's value for the heat of formation at 273°K $\left(U = 10950 \frac{\text{cal}}{\text{mol}} \right)$ being taken as the basis of the calculations.

6) It was found that, except at lower temperatures and 200 — 300 atm pressure, the heat of formation of ammonia in general increases with increasing pressure. This fact is of great importance for the technical synthesis of ammonia.

Institute of General and Chemical Engineering
Polytechnic Highschool, Warsaw.