

PRZEMYSŁ CHEMICZNY

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

ROCZNIK XX

MARZEC — KWIECIEŃ 1936

3—4

REDAKTOR: PROF. DR. KAZIMIERZ KLING

SEKRETARZ: DR. LECH SUCHOWIAK

SPRAWOZDANIE

Z POSIEDZENIA KURATORJUM CHEMICZNEGO INSTYTUTU BADAWCZEGO

Compte rendu de l'Institut des Recherches Chimiques

Dnia 25 marca 1936 r. w obecności Pana Prezydenta R. P. Prof. Dr. I. Mościckiego i Ministra W. R. i O. P., Prof. Dr. W. Świętosławskiego, odbyło się w Warszawie XVI posiedzenie Kuratorjum Chemicznego Instytutu Badawczego.

W Zebraniu wzięli udział: 1) Kuratorowie Instytutu: Dyr. inż. Czesław Benedek, Dyr. inż. Aleksander Ciszewski, Gen. Józef Czikiel, Min. inż. Czesław Klarner, Gen. Dyr. inż. Antoni Lewalski, Dyr. inż. Piotr Markiewicz, Gen. Dyr. inż. Tomisław Morawski, inż. Szymon Rudowski. 2) Członkowie Wydziału Czynnego: Prof. Dr. Jan Czochralski, Prof. Dr. Wacław Leśniński, Doc. Dr. Ludwik Wasilewski. 3) Zaproszeni goście: Gen. Kazimierz Schally, Szef Gabinetu Wojskowego Pana Prezydenta R. P. 4) Zastępcy Kierowników Działów: Inż. Jerzy Pfanhauer, inż. Halina Starczewska, inż. Zdzisław Zaleski. 5) Referenci prac: Dr. Józef Salcewicz, inż. Wacław Szukiewicz. 6) Kierownik Biura Instytutu — Mgr. Wacław Jaworski.

Usprawiedliwili nieobecność pp. Kuratorowie: Min. inż. Kwiatkowski Eugenjusz, Min. Gen. Dr. Górecki Roman, General inż. Litwinowicz Aleksander, oraz Dyrektor Instytutu, Prof. Dr. Kazimierz Kling.

Posiedzenie zagaił Wiceprezes Kuratorjum, Generalny Dyrektor inż. Lewalski Antoni, witając Pana Prezydenta R. P., Wysokiego Protektora Instytutu.

Po przyjęciu porządku dziennego, Przewodniczący uczył w dłuższym przemówieniu pamięć Zmarłych: Członka Założyciela Instytutu, ś. p. Prof. Dr. Stanisława Tolłoczki, zm. dnia 5 marca 1935 r., Dyrektora Instytutu ś. p. Dr. Zenona Martynowicza, zm. w dn. 23 sierpnia 1935 r., oraz Kuratora Instytutu, b. min. dr. inż. ś. p. Stefana Ossowskiego, zm. dn. 22 marca 1936 r.

Przed odczytaniem protokołu poprzedniego posiedzenia Przewodniczący złożył Prof.

Dr. Wojciechowi Świętosławskiemu, Członkowi Wydziału Czynnego Instytutu, życzenia owocnej pracy na zaszczytnym stanowisku Ministra W. R. i O. P.

Po odczytaniu protokołu ostatniego posiedzenia zebrani przyjęli go bez dyskusji.

W punkcie 3-im porządku dziennego Doc. Dr. Ludwik Wasilewski, w zastępstwie chorego Dyrektora Instytutu składa sprawozdanie bilansowe za czas od 1. VII. 34 r. do 31. III. 1935 r., oraz sprawozdanie z ogólnej działalności Instytutu po dzień ostatni:

„Wydział Czynny, na posiedzeniu z dnia 23. X. 35 r., na opróżnione po ś. p. Dr. Zenonie Martynowiczu stanowisko dyrektora Chemicznego Instytutu Badawczego, powołał Pana Profesora Dr. Kazimierza Klinga na okres 5 lat.

Pan Profesor Kling kierował w rzeczywistości sprawami Instytutu jeszcze na wiele miesięcy przed tem powołaniem w okresie długotrwałej choroby dyrektora Martynowicza.

Od dwu jednakże tygodni stan zdrowia Pana Dyrektora Klinga jest na tyle ciężki, że nie jest on w możności przedstawić sprawozdania z działalności Instytutu.

W jego też zastępstwie i naskutek jego zlecenia obowiązek przedłożenia sprawozdania spadł na mnie.

Wobec krótkości czasu, jaki pozostawił mi na opracowanie bardzo obszernego materiału, być może, że znajdują się w niem tu i owdzie pewne niejasności. Będę się je starał w dyskusji wyświecić.

Sprawozdanie obecne należałoby w zasadzie podzielić na dwa okresy różne. Mianowicie: jeden od 1 lipca 1934 r. do 31 marca 1935 r. i drugi od 1 kwietnia 1935 r. do dnia dzisiejszego.

Jeżeli chodzi o stronę rachunkową pierwszego z tych okresów, to szczegółowe zestawienie mają Panowie przed sobą, a ostateczny bilans przedstawiałby się następująco:

Bilans netto Chemicznego Instytutu Badawczego

na dzień 31.III.35 r. za okres budż. od 1.VII.34 — 31.III.35 r.

STAN CZYNNY

Kasa	2 379,73
Banki:	
P. K. O. 13491	41 535,48
" 149581	100,83
Bank Gosp. Kr.—R-k Proc.	67,15
Państw. Bank Rolny—bież. Nr. 2	85,70
R-ki zabezp. Fund. Stydendjalne:	
Państw. Bank Rolny—bież. N. 1	405,16
Państw. Bank Rolny—dep. N. 1	25 707,12
Państw. Bank Rolny—dep. N. 2	52 303,48
Bank Ang.-Polski—bież.	237,75
Bank Gosp. Kraj.—R-k gwaranc.	10 000,00
Centrala Dostaw Aparatury—bież.	75 805,66
" " " —inwest.	91 666,53
Dłużnicy	79 006,64
Zaliczki	3 825,55
Biblioteka	98 887,43
Budowa Warsztatów	20 186,61
Weksle protestowane	353,57
Akcje	708,60
Ruchomości	419 575,88
Nieruchomości	1 461 778,68
	2 384 617,55
Niedobór okresu od 1.VII.34 — 31.III.35 r.	53 025,42
	Zł. 2 437 642,97

Kierownik Biura:
(—) Mgr. W. JaworskiDyrektor Instytutu:
(—) Dr. K. KlingKomisja Rewizyjna:
(—) K. Górski
(—) E. Trepka
(—) J. Zawadzki

STAN BIERNY

Banki:	
Bank Gosp. Kraj.—bież.	40 008,16
" " —poż.	206 000,00
" Naftowy we Lwowie	679,00
Fundusz amortyzacyjny	453 851,59
Wierzyciele	254 977,99
Fundusz Prac im. Prez. Mościckiego	33 320,00
Fund. Styp. im. ś. p. T. Zwistockiego	52 310,36
Fund. Styp. im. ś. p. Fr. Mościckiego	26 105,40
Weksle gwarancyjne	10 000,00
	1 077 252,40
Majątek na dz. 1.VII.1934.	1 360 390,57
	Zł. 2 437 642,97

Rachunek wpływów i wydatków Chemicznego Instytutu Badawczego

za okres budżetowy 1.VII.34 — 31.III.35 r.

WYDATKI

R-k Działu Wielkiego Przemysłu Nieorganicznego	21 845,18
R-k Działu Węglowego	122 281,40
" " Analitycznego:	
a) Oddział Analizy Węgla	26 714,46
b) Oddział Analizy Ogólnej	8 959,74
" " Spirytusowego	29 258,40
" " P. W.	172 651,88
" Oddziału Syntezy Kauczuku P. M. S.	50 006,20
" Działu Metalurgicznego (wraz z Oddziałem Analizy Metali)	85 834,35
" Działu Przemysłu Chemicznego	19 582,92
" Oddziału Węgla Aktywnego	12 783,05
	Zł. 549 917,57

Kierownik Biura:
(—) Mgr. W. JaworskiDyrektor Instytutu:
(—) Dr. K. KlingKomisja Rewizyjna:
(—) K. Górski
(—) E. Trepka
(—) J. Zawadzki

WPŁYWY

R-k Dotacyj Państw. Fabryki Związków Azotowych	15 000,00
" Przemysłu Węglowego	106 891,96
" Wpływów za analiz i ekspertyzy	44 867,90
" Dotacyj Państw. Mon. Spirytus. na Oddział Spir.	30 000,00
" Dotacji M. P. i H. na Dz. P. W.	169 000,00
" Dotacji Państw. Mon. Spir. na Oddział Kauczukowy	35 000,00
" Dotacji Inst. Met. i Metalozn. P. W.	45 000,00
" Wpływów „Przemysłu Chemicznego”	16 112,66
Różne wpływy:	
R-k Subwencji	27 250,00
" Skł. Członków Wspierających	6 397,00
" Zysk Centrali Dostaw Aparatury	1 372,64
	35 019,64
	496 892,16
Niedobór na dz. 31.III 1935 r.	53 225,42
	Zł. 549 917,58

Przedstawiony okres sprawozdawczy zamknęliśmy niedoborem w wysokości 53 025,42 zł. na co wpłynęło między innymi i odpisanie na amortyzację kwoty w wysokości 29 251 zł., na koszty leczenia ś. p. Dyr. Dr. Z. Martynowicza — 5 000,— zł., i należności dla wdowy po architekcie ś. p. K. Kłosie — 9 000,— zł.

Bilans Instytutu, księgowość i dowody za okres sprawozdawczy poddane zostały szczegółowej analizie i kontroli przez pp. Członków Komisji Rewizyjnej i działającego w Jej imieniu inspektora Banku Gospodarstwa Krajowego, p. Gustawa Scholtza.

Bardzo cenne uwagi i odpowiednie wnioski zostały przez Komisję Rewizyjną przedstawione w Jej protokole.

W tym okresie sprawozdawczym Instytut zatrudniał:

1) pracowników naukowych z wyższym wykształceniem	25
2) techników-chemików	7
3) pracowników administracyjnych umysłowych	7
4) pracowników laboratoryjnych fizycznych	26
5) pracowników administracyjnych fizycznych	9
Razem	78

Mimo daleko idących wysiłków Wydziału Czynnego z ś. p. Dyrektorem Martynowiczem na czele, nie byliśmy w stanie w omawianym okresie, własnymi siłami zdobyć niezbędnych funduszy, tak jak było to dawniej, na utrzymanie Instytutu. Powodowało to coraz większy wzrost zadłużenia, wobec czego wystąpiliśmy do poprzedniego Kuratorjum z wnioskiem o rozpatrzenie i podjęcie akcji, umożliwiającej istnienie i normalną pracę Instytutu. Musimy stwierdzić, że otrzymaliśmy nie tylko moralne poparcie, ale i realne wskazanie drogi.

Z inicjatywy i w obecności Dostojnego Proktora Chemicznego Instytutu Badawczego Pana Prezydenta R. P. odbyła się konferencja na Zamku, na której Członkowie Rządu mieli możliwość zapoznać się z dotychczasową działalnością Instytutu, w następstwie czego zaofiarowali swą pomoc.

Na jednym z posiedzeń Rady Ministrów uchwalono udzielić Chemicznemu Instytutowi Badawczemu dotację w wysokości 500 000,—zł. płatną przez poszczególne Ministerstwa.

Wpłaty te miały być dokonane z sum budżetowych 1934 — 35 lub 1935 — 36 bądź jednorazowo, bądź w kwotach miesięcznych w ciągu 1935 roku.

Komitet Ekonomiczny Ministrów zalecił równocześnie poszczególnym Ministerstwom nawiązanie jaknajszerszej współpracy z Chemicznym Instytutem Badawczym.

Ze względu na uzyskaną dotację, postanowiliśmy zmienić okres budżetowania z dawniejszego od dnia 1 lipca do 30 czerwca na okres przyjęty w gospodarce państwowej od

1 kwietnia do 31 marca następnego roku, mając na względzie i to, że analogiczne dotacje będziemy otrzymywać w przyszłości corocznie.

Wobec tego, że od okresu sprawozdawczego, który został przedstawiony, dzieli nas niemal pełny rok, należałoby scharakteryzować pokrótce i okres późniejszy, t. j. od 1 kwietnia 1935 r., aż do chwili obecnej.

Nie można pominąć milczeniem, że w pierwszej połowie tego okresu, t. j. do czasu uzyskania dotacji Rządowej w kwocie 500 000,— zł. ważyły się losy Instytutu. Wpływał na to stały spadek naszych dochodów. Ponieważ równocześnie na warsztacie pracy mieliśmy szereg zagadnień aktualnych, czy to dla Instytucyj Państwowych czy przemysłowych, zachodziła konieczność szukania oszczędności na drogach może mniej właściwych, jednakże jedynie nam dostępnych. Musieliśmy tedy zaniechać wszelkich inwestycji aparaturowych, ograniczyć do minimum niezbędne odczynniki i materiały, jaknajdalej posunąć oszczędność zużycia gazu i prądu, zmniejszyć ilość prenumerowanych czasopism i zakupywanych dzieł dla biblioteki, wreszcie kilkakrotnie zredukować pobory całego personelu. Wobec takiego stanu rzeczy, szeregu niewątpliwie ważnych zagadnień, wypływających z inicjatywy Instytutu, nie można było zupełnie realizować.

Z chwilą uzyskania wzmiankowanej wydatnej dotacji Rządu na rok budżetowy 1935/36, sytuacja narazie się zmieniła. Można było myśleć już o urealnieniu budżetu stosownie do potrzeb Instytutu, przy równoczesnym stopniowym wyrównywaniu ciężarów na nas zobowiązań finansowych.

W tym czasie naskutek rozszerzenia się zakresu prac Instytutu, zwiększono liczbę pracowników, która obecnie przedstawia się jak następuje:

1) pracowników naukowych z wyższym wykształceniem	40
2) techników chemików	9
3) pracowników administracyjnych umysłowych	8
4) pracowników fizycznych laboratoryjnych	27
5) pracowników administracyjnych fizycznych	14
6) pracowników warsztatowych	18
Razem	116

W powyższym zestawieniu mieszczą się również świeżo zaangażowani: Do Działu Węglowego: 1. Inż. Pomorski Jan, 2. Inż. Ramotowski Eugenjusz, 3. Dr. Salcewicz Józef, 4. Inż. Stasikowski Saturnin, 5. Klukowski Antoni. Do Działu Węgla Aktywnego: inż. Hołowiecki Kazimierz. Do Działu Metalurgicznego: 1. Prof. Welter Jerzy, 2. Inż. Beckerówna Zofja, 3. Inż. Bukowski Zbigniew, 4. Inż. Gwalikowski Wiktor, 5. Inż. Goćkowski Stefan, 6. Niewiadomski Cyryl, 7. Inż. Oknowski L., 8. Inż. Skowrońska Jadwiga. Do Działu Syntezy Kauczuku: 1.

Inż. Loria Jadwiga, 2. Inż. Werbachowski Władysław. Do Oddziału Mechanicznego: inż. Piela Tadeusz.

W międzyczasie okresowo współpracowali: w Dziale Analitycznym: 1. Mgr. Kamińska-Welke Hanna i 2. Inż. Więclawek Bonifacy.

Jako fakt szczególnego znaczenia należy podkreślić pozyskanie do współpracy w dziedzinie syntetycznego kauczuku tak wybitnego znawcy zagadnienia jakim jest p. Prof. Smoleński.

Przestali pracować w Instytucie: 1. Dr. Chorąży Michał, który objął stanowisko kierownika w Koksowni Wolfgang w Rudzie Śląskiej. 2. Inż. Hryniewiecki Edward, który znalazł zatrudnienie w przemyśle konserwowym. 3. Inż. Krzyżkiewicz Jan, który przeszedł do Ministerstwa Przemysłu i Handlu. 4. Inż. Narkiewicz Henryk, który przeszedł do Wytwórni Węgla Aktywnego w Skarżysku. 5. Inż. Wyszynski Czesław, który przeszedł do Fabryki Kwasu Siarkowego na Górnym Śląsku.

Ponieważ preliminarz wpływów i wydatków Instytutu za okres budżetu od 1. IV 35 do 31. III. 36 r. nie mógł być przez Pánów Kuratorów dotychczas zatwierdzony ze względu na spóźniony termin obecnego Zebrania Kuratorjum, komunikuję obecnie, że Wydział Czynnny przyjął go w następującej formie:

Dotychczasowy sposób pracy Chemicznego Instytutu Badawczego polegał przeważnie na tem, że współpracujące z nami Instytucje, zlecały nam szereg interesujących je zagadnień ze swej strony usiłował rozwiązywać zlecone problemy za ustaloną zgóry kwotę.

Jest to sposób może zdrowy, ale jednak zbyt uproszczony, jak na niezwykle złożony charakter zagadnień, które mieliśmy przed sobą. Odczuwało się wielki brak pewnej swobody, jaką musi mieć praca i twórczość naukowa nawet przy najbardziej skonkretyzowanym i praktycznym temacie.

Przyznana w roku ubiegłym dotacja Rządowa w naszym zrozumieniu ma właśnie na celu zapobiec temu brakowi i umożliwić pracę Instytutu, na podstawie własnej inicjatywy i własnego sądu o kierunku, środkach i drodze dojścia do pewnych pożądaných i celowych wyników.

Myśmy wydzieloną sumę przeznaczoną na ten cel nazwali Funduszem Badawczym, jakkolwiek wszystkie nasze wpływy są przeznaczone na cele badawcze.

Pierwszy rok pozwolił nam na umieszczenie w preliminarzu budżetowym na Fundusz Badawczy tym razem tylko około Zł. 150 000— z ogólnej sumy Zł 500 000.— Istnienie tego Funduszu Badawczego pozwoliło już jednak na prowadzenie niektórych niezależnych prac.

Potrzebę Funduszu Badawczego można by oświetlić szeregiem konkretných przy-

Projekt preliminarza budżetowego za czas od 1.IV 1936 do 31.III 1937 r.

WYDATKI

Dział Węglowy	120 000,—
„ Wielk. Przem. Nieorgan.	20 000,—
„ Analityczny:	
a) Oddział Anal. Ogóln. } 35 000,—	
b) „ „ Węgla } 35 000,—	
c) „ „ Metali } 60 000,—	95 000,—
„ Spirytusowy	40 000,—
„ P. W.	150 000,—
Wydawn. „Przemysł Chemiczny“	20 000,—
Administracja	97 000,—
Procenty od pożyczek	10 000,—
Zakup książek i czasopism do biblioteki	10 000,—
Konserwacja gmachów i instal.	10 000,—
Utrzymanie samochodów	12 000,—
„ terenów	6 000,—
„ magaz. i dost. materj. i odczynników	7 500,—
„ domu mieszk. (niedobór)	5 000,—
Amortyzacja gmachów, ruchom. adm. i książek	25 000,—
Inwestycje techniczne	20 000,—
Splata rat za teren i pożyczki długoterminowe w B. G. K.	22 500,—
Splata część. zadłużenia za materiały i świadczenia społeczne	25 000,—
Splata należności z Fund. Pracown. im. Prez. Mościckiego za lata ub.	15 000,—
Koszty związane z pracami z inicjatywy Chem. Inst. Badawczego (Fundusz Badawczy)	250 000,—
Zł.	960 000,—

WPLYWY

Dotacje rządowe	500 000,—
Wpłaty Przem. Węglowego	120 000,—
Wpływy za analizy i ekspertyzy	35 000,—
Wpłaty Zjednoczonych Fabr. Zw. Azotowych	20 000,—
Wpłaty Instytutu Metal. i Metalozn. P. W.	60 000,—
Wpłaty Państw. Monopolu Spirytus. na Dział Spirytusowy	40 000,—
Wpłaty M. P. H.	150 000,—
Wpływy wydawnictwa „Przemysł Chemiczny“	15 000,—
Różne subwencje i wpływy	20 000,—
Zł.	960 000,—

kładów, zaczerpniętych z życia naszego Instytutu.

Ze względu również na brak takiego Funduszu musieliśmy skreślić szereg wartościowych patentów, chcąc zaoszczędzić chociażby skromną takse patentową. Ponadto wiele nowości patentowych można byłoby wprowadzić w życie, gdyby Instytut rozporządzał jakąś sumą na poparcie swego patentu instalacją półtechniczną, zbudowaną na własne ryzyko w tej czy innej fabryce na podstawie współpracy i porozumienia z tym czy innym zakładem fabrycznym.

Dzięki przeznaczeniu części kwoty z dotacji Rządu na koszty związane z utrzymaniem Instytutu, pokrywane dotychczas przez Działy badawcze, byliśmy w stanie wzmóc pracę w tychże Działach przez powiększenie stanu personalnego i poczynienie niezbędnych inwestycji w tak dotkliwie uszczuplonym stanie aparatury.

Siłą faktów jednakże znaczną część obecnej dotacji trzeba było obrócić, na częściowe przynajmniej uregulowanie co pilniejszych dawniej zaciągniętych zobowiązań.

Trzeba bowiem pamiętać, że zobowiązania nasze krótkoterminowe od czasu nastania kryzysu, stale wzrastały, osiągając na dzień 31 marca 1935 r. kwotę 328 985,15 zł., ponadto zaś zobowiązania długoterminowe wynosiły 206 000,— zł.

W wyniku takiego stanu rzeczy stosunkowo niewielką część dotacji można było poświęcić na prace wynikające z inicjatywy Instytutu. W związku z tem i efekt tych prac może nie jest w tym okresie tak wydatny, jakim mógłby być, biorąc pod uwagę całą sumę dotacji.

W roku 1935, dzięki inicjatywie p. Ministra E. Kwiatkowskiego, przystąpiło w charakterze członków wspierających 145 firm i osób fizycznych z sumą ogólną składek 12 578,— zł. W roku bieżącym mimo usilnych starań liczba członków wspierających znacznie spadła.

W swoim czasie celem uniezależnienia się od stałej troski o najbliższy miesiąc i zapewnienia sobie na innej drodze jako takich dochodów o stalszym charakterze, powstał przy Instytucie oddział handlowo-przemysłowy pod nazwą Centrala Dostaw Aparatury.

Ostatnio zakres prac C. D. A. obejmował roboty warsztatowe dla własnych potrzeb Instytutu, budowę aparatów „górnego powietrza” oraz urządzenia i produkcję preparatów dla zakładów galwanotechnicznych.

Wysoka wartość naszych preparatów galwanotechnicznych zezwoliła na znaczne zahamowanie, a bodajże nawet całkowite zatrzymanie dowozu z zagranicy. Obroty miesięczne w dziale galwanotechniki sięgały 25 000 zł.

Bilans C. D. A. za rok 1934 (od 1 stycznia 1934 r. do 31 grudnia 1934 r.) wykazał jak wspomniałem, zysk w kwocie 1 372,64 zł.

Mimo pomyślnego rozwoju niektórych działów, C. D. A. musiała walczyć z trudnościami finansowymi powodowanymi kredytowaniem odbiorców, brakiem kapitału obrotowego, brakiem dłuższego kredytu u dostawców i t. p. Wobec takiego stanu finansowego, oraz chęci skupienia wszystkich sił na pracach badawczych, Wydział Czynnny w czerwcu 1935 r. postanowił zlikwidować Centralę Dostaw Aparatury z dniem 31 grudnia 1935 r. W ramach Ch. I. B. pozostał tylko warsztat mechaniczny, który będzie wykonywał roboty dla własnych potrzeb Instytutu.

Pracujemy w bardzo ciężkich warunkach, gdyż w warunkach zupełnej niepewności. Teraz jeszcze w dodatku jesteśmy znacznie w swoim składzie zdekompletowani. Temniemniej opierając się na osiągniętych sukcesach, patrzymy optymistycznie w przyszłość i mamy przekonanie, że dalsza praca również wyda owoce. Bo istotnie dotychczasowe prace Instytutu za okres sprawozdawczy, mogą wykazać się pewnymi sukcesami, których doniosłość jest widoczna.

Pragnąłbym zwrócić uwagę i podkreślić donioślejsze zagadnienia, które dzięki pracy lub współpracy Ch. I. B. są już realizowane w życiu przemysłowo-technicznym lub zupełnie do tego dojrzały. Należy podkreślić z całą naciskiem, że są to tematy, mające na względzie nietylko samowystarczalność gospodarczą, ale przede wszystkim samoobronę Kraju. I tak:

1) Sukcesem musimy nazwać opanowanie produkcji sztucznego koksu o dobrych własnościach z węgla krajowego.

2) Również sukcesem jest otrzymanie węgla aktywnego o dobrych własnościach chłonnych po bardzo niskiej cenie.

3) Sukcesem dalej jest znaczne podniesienie wydajności w dziedzinie syntezy kauczuku.

4) Niewątpliwie sukcesem jest uzyskiwanie czystego aluminium z łomu i odpadków na drodze elektrolitycznej rafinacji.

Sukcesami również należałoby nazwać:

5) Ustalenie metody otrzymywania aluminium na drodze elektrolizy chlorku aluminium z glin krajowych i chloru. Rzecz w tej formie dotychczas nigdzie jeszcze nierozwiązana.

6) Otrzymywanie kwasu siarkowego i cementu portlandzkiego z gipsu w skali fabrycznej.

7) Przystosowanie metody azeotropowej do odwadniania surówki drożdżowej i spirytusów o znacznej zawartości zanieczyszczeń.

Do sukcesów zaliczyć należy również:

a) zrównoważenie budżetu Działu Analitycznego, dotychczas stale deficytowego,

b) zorganizowanie Działu Analizy Metali w skali zezwalającej na zupełne zaspokojenie potrzeb bieżących,

c) przekazanie Spółdzielni Związku Inżynierów Chemików R. P. opracowanego przez nas źródłowo i wszechstronnie zagadnienia galwanotechnicznego jako problemu przemysłowo-technicznego.

Obszerniejsze dane odnośnie do naszkicowanych problemów, oraz całości prac w Instytucie, przedstawione zostaną w sprawozdaniach poszczególnych Działów.

Na zakończenie niniejszego sprawozdania należałoby zaznaczyć, że o ile jeszcze przed kilku laty było możliwe prowadzenie Instytutu bez pomocy Rządu, to obecnie stałoby się to zupełną niemożliwością. Jako przykład, na jak chwiejnych podstawach finansowych opierała się egzystencja Instytutu, niech posłużą następujące fakty:

Dział Węglowy, w latach dobrej konjunktury, opierał swe finanse na dobrowolnym podatku przemysłu węglowego. Stanowiło to sumę około 400 000 zł. rocznie. Po zlikwidowaniu konwencji węglowej i pogorszeniu się konjunktury, przemysłowcy węglowi winni wpłacać 150 000 zł. rocznie. Kontrakt jest zawarty na rok. Nasuwa się tedy sprawa do rozważenia, czy w razie, gdy przemysł węglowy w dalszym ciągu ograniczy składki, lub nie odnowi kontraktu, byłoby dopuszczalne, ażeby zlikwidować ten tak ważny dział pracy badawczej nad najpoważniejszym surowcem Polski.

Innym tego rodzaju przykładem, świadczącym o niemożliwości ułożenia właściwego programu pracy i podejmowania zagadnień dłużej trwających, jest współpraca z innym naszym ważnym zleceniodawcą.

Np. na niektóre prace wykonywane w Dziale Przem. Nieorganicznego prelimitowano w roku 1933 kwotę 580 000 zł. w roku 34/35 30 000 zł. a na bieżący rok przewiduje się kwotę 8 000 zł. w najlepszym razie do 20 000 zł.

Likwidacja Instytutu w obecnych warunkach byłaby tem przykrejsza, że w roku bieżącym Instytut obchodzi 20-lecie swej pracy, o ile włączymy pracę „Metanu”, z którego w r. 1922 powstał Chemiczny Instytut Badawczy.

Zadania jakie stoją przed Instytutem do rozwiązania są doniosłe. Praca w nim nie należy do łatwych, ani bezpiecznych. Dowodem czego są parokrotne pożary i eksplozje w różnych Działach.

Wypadki te, należy stwierdzić z całą bezstronnością, nie wynikały naskutek zaniedbań,

lecz naskutek charakteru prowadzonych eksperymentów, a głównie z powodu szczupłości środków i pomieszczeń, z jakimi zabieramy się do pracy. Pracować jednak musimy w przekonaniu, że są to konieczności państwowe, przez nikogo nie kwestjonowane, lecz przeciwnie powszechnie uznawane.

Mimo takich warunków, należy stwierdzić, że prace personelu wykonywane są z zamiłowaniem swego zawodu, z całkowitem oddaniem się swym obowiązkom, w przeświadczeniu, że praca w Instytucie jest pracą dla przyszłości Państwa i dla Jego tężyzny“.

W dyskusji Generalny Dyrektor inż. A. Ciszewski poruszył sprawę nadzwyczajnej amortyzacji w przedstawionym preliminarzu budżetowym za czas I. VII. 1934 r. do 31. III. 1935 r., oraz sprawę trudności w zrealizowaniu należności od przemysłu węglowego. Wyjaśnień udzielał Doc. Dr. L. Wasilewski, poczem zebrani, na wniosek Generalnego Dyrektora inż. A. Ciszewskiego i Generalnego Dyrektora inż. T. Morawskiego, uchwalili upoważnić Wydział Czynny do zwołania konferencji z przedstawicielami przemysłu węglowego.

Na wniosek Przewodniczącego uchwalono przyjąć sprawozdanie do wiadomości z podziękowaniem dla Wydziału Czynnego i Pracowników Instytutu.

Po odczytaniu protokołu Komisji Rewizyjnej przez p. Dyrektora inż. Czesława Benedekę, Kuratorjum uchwaliło przedłożenie wniosku na Walne Zgromadzenie w sprawie zamknięcia rachunkowego i udzielenia absolutorjum Wydziałowi Czynnemu za czas od I. VII 1934 r. do 31. III. 1935 r.

W punkcie 5-ym porządku dziennego dr. L. Wasilewski przedstawia preliminarz budżetowy za okres od I. IV. 1936 r. do 31. III. 1937 r.

Po krótkiej dyskusji przyjęto preliminarz w brzmieniu przedstawionem przez Dr. L. Wasilewskiego.

W punkcie 6-ym porządku dziennego nastąpiło złożenie sprawozdań z prac Instytutu.

Prof. dr. Jan Czochralski zdał sprawę z prac Działu Metalurgicznego:

„Prace Działu Metalurgicznego spowodowane braku własnych pomieszczeń wykonywane były w Zakładzie Metalurgji i Metaloznawstwa P. W.; jedna praca wspólna w Zakładzie Chemji Fizycznej P. W. Przeciwnie zatrudniał Dział całodziennie czterech pracowników. Do końca 1935 r. uruchomiono badania w zakresie aluminium, cynku i ich stopów.

Wspólnie z p. prof. dr. W. Świętosławskim przystąpiono do zbadania efektów cieplnych, występujących w procesach samoule-

pszania się stopów aluminjowych i to zapomocą mikrokalorymetru konstrukcji W. Świętosławskiego. Otrzymano wyniki dodatnie w przeciwieństwie do innych badaczy zagranicą, których zabiegi w tych zakresach temperatur nie doprowadziły do żadnych rezultatów. Osiągnięte wyniki są o tyle ciekawe, że po należytem pogłębieniu badań pozwolą one prawdopodobnie na wyprowadzenie termodynamicznych założeń, dających możność ustalenia chemizmu występujących reakcyj. Dotąd nie było można ani przez badania chemiczne, ani przez badania strukturalne, ani też przez badania rentgenograficzne przebiegu procesów ustalić. Wyjaśnienie chemizmu procesu samoulepszenia miałyby wobec zasadniczego znaczenia tegoż procesu dla nowoczesnej metalurgji wielką doniosłość, w szczególności w zakresie stopów lekkich, ważnych dla rozwoju lotnictwa.

Kontynuując badania nad rafinacją elektrolityczną aluminium w stopionych chlorkach, rozpoczęte w ramach jednej z prac dyplomowych w Zakładzie Metalurgji i Metaloznawstwa P. W., zaprojektowano termostat na wyższe temperatury. Przyrzęd ten (znajdujący się obecnie w montażu), ma służyć do uzyskania przy elektrolizie litych osadów metalu.

Problemat ten jest jednym z najaktualniejszych w zakresie metalurgji aluminium, gdyż otwiera wielkie perspektywy na przyszłość rozwoju tego metalu. Minerale zawierające Al są, jak wiadomo, najpopularniejszymi składnikami skorupy ziemskiej. Nadzieje owocnego rozwiązania problemu tego wydają się jeszcze bardzo dalekie. Przy realizowaniu dawno już zamierzonego u nas planu produkcji, zasadniczą rolę odegrać mogą narazie tylko metody już znane, jak metoda St. Claire Deville, Böttchera; elektroliza tlenków zaś winna być oparta na systemie stałych elektrod.

Możliwości metalurgiczne otrzymywania aluminium wydają się jeszcze niewyczerpane. Na to wskazuje między innymi przerabianie lawy wulkanicznej we Włoszech.

Przystąpiono też do prac nad ulepszeniem stopów aluminjowych drogą t. zw. „Grainingu”. Stopy tego typu znajdują obecnie coraz to szersze zastosowanie techniczne. W związku z tem, badano własności mechaniczne odlewów, a mianowicie wpływ dotąd niewzględnionych pierwiastków w formie elementarnej oraz w formie związków chemicznych. Badania mechaniczne ograniczono narazie do wytrzymałości, przydłużenia i twardości. Wyniki dotychczasowe, aczkolwiek dodatnie, nie osiągnęły jeszcze cyfr, otrzymywanych metodą pierwotną; przyczyniły się one natomiast do wyjaśnienia przesłanek teoretycznych.

Cynk należy dotąd do metali, które pod względem ich znaczenia technologicznego są mało wykorzystane i pole ich zastosowania leży jeszcze zupełnie odlego; główną przyczyną tego stanu rzeczy jest zjawisko „zdrowienia metalu”, to jest skłonność do samorzutnego pozbywania się skutków zabiegów, zdążających do podciągania własności mechanicznych do wyższych wartości. Wskutek tego nie można wykorzystać technicznie nadzwyczajnej plastyczności tego metalu, jakkolwiek przydłużenie w sprzyjających warunkach może osiągnąć 100-krotną wartość długości pręta kryształowego pojedynczego. Towarzyszy zjawisku temu bowiem niezwykła łupliwość, która stanowi przeszkodę do całkowitego wykorzystania plastyczności. Prace doświadczalne mają na celu zablokowanie tych płaszczyzn łupliwości; zabiegi w tym kierunku wykazały już częściowo wyniki dodatnie. Stan prac przedstawia się jak następuje: Otrzymano szereg pojedynczych kryształów, mających posłużyć do wykonania sztucznych kryształów idiomorficznych i do ustalenia radjowektorów własności. Badano również zjawisko samoulepszenia się bogatych w cynk stopów drogą pomiarów twardości i przewodności elektrycznej tak przetłaczanych, jak i hartowanych próbek.

Spowodu braku odpowiednich środków powyższe prace zostały zapoczątkowane narazie w bardzo skromnym zakresie. Dział Metalurgiczny miał możność zaangażowania kilku pracowników stałych dopiero od lipca 1935 r. Systematyczna realizacja obszernego programu badań uzależniona jest od uzyskania odpowiednich stałych kredytów.

Działalność zewnętrzna Instytutu tak, jak w ubiegłych latach, obejmowała Komisję Normalizacyjną i współpracę w sprawach surowcowych. Kilka prac naukowych przygotowano do druku.

Doc. Dr. L. Wasilewski złożył sprawozdanie z prac Działu Wielkiego Przemysłu Nieorganicznego, Spirytusowego i prac zleconych przez M. P. i H.

„Praca Działu I w omawianym okresie rozwijała się w trzech różnych kierunkach. Pierwszy obejmował tematy z zakresu technologii nieorganicznej i uwzględniał prace zlecone przez M. P. i H. Drugi obejmował tematy z zakresu technologii elektrochemicznej i uwzględniał prace zlecone przez P. Z. Inż. Wreszcie trzeci obejmował tematy z zakresu technologii spirytusu i uwzględniał prace zlecone przez P. M. S.

Z pośród tematów pierwszej grupy należy przedewszystkiem wymienić prace nad otrzymywaniem dwutlenku siarki i cementu portlandzkiego z gipsu. Opierając się na wynikach doświadczeń, prowadzonych w latach

dawniejszych w skali laboratoryjnej i półtechnicznej, opracowano plan oraz dostosowano urządzenie jednej z cementowni do omawianego procesu. Próby trwały parę tygodni na piecu obrotowym 40 metrowej długości, przerabiającym do 200 tonn surowców na dobę. Otrzymano dwutlenek siarki w koncentracji wystarczającej dla produkcji kwasu siarkowego. Wychodzący z pieca klinkier był drobny, twardy, o barwie normalnego klinkru cementu portlandzkiego. Otrzymany z niego cement wykazał własności dorównujące, a nawet przewyższające ustalone normy dla cementu portlandzkiego. Zgłoszono tutaj jeden patent.

Nad tem zagadnieniem pracowali pp. inż. inż. Zaleski, Kaczorowski i Bądzynski.

Drugim tematem było uzyskanie z krajowych surowców chlorku magnezowego odwodnionego i odpowiedniego dla elektrolitycznej produkcji magnezu. Zwracano główną uwagę na całkowite usunięcie z chlorku magnezowego zanieczyszczeń takich, jak tlenek magnezu i siarczan magnezu. W wyniku przeprowadzonych prac ustalono sposób otrzymywania chlorku o czystości 99,2%, zanieczyszczonego głównie $NaCl$ i KCl . Ostateczne odwodnienie prowadzono przy zastosowaniu chloru. Pracę tę wykonał p. inż. Lipczyński.

Trzecim tematem z tej grupy było otrzymanie chlorku aluminium z glin krajowych. W wyniku przeprowadzonych prac ustalono warunki chlorowania, przy których uzyskano wydajności wynoszące do 90% aluminium zawartego w glinach. Chlorowanie prowadzono z glinami zawierającymi od 20 do 50% Al_2O_3 . Nad tematem tym pracował p. inż. Kaczorowski.

Z innych tematów należy wymienić dalszy ciąg prac nad warunkami produkcji elektrod węglowych z surowców krajowych. Użytkane tutaj wyniki dały nam już pełny obraz, uzasadniający poszczególne etapy pracy fabrycznej. Nad tematem tym pracowali pp. inż. inż. Kotowicz i Zaleski.

Dla Dyrekcji Państwowego Monopolu Solnego wykonano prace nad skażaniem soli kuchennej, przeznaczonej dla specjalnych celów. W przeprowadzonych tutaj badaniach ustalono szereg recept na odpowiednie środki skażające. Nad zagadnieniem tem pracowali pp. inż. inż. Kaczorowski, Kotowicz i Bąsowski.

Druga grupa tematów, a mianowicie z dziedziny technologii elektrochemicznej, obejmuje, jako najważniejsze zagadnienie elektrolityczną rafinację aluminium. Był to problem dość trudny, wymagający dużego nakładu pracy, został jednakże szczęśliwie do-

prowadzony do realizacji w skali fabrycznej. W omawianym okresie przeprowadzono początkowo cały szereg wstępnych pomiarów i badań laboratoryjnych. Oznaczono punkty topnienia potrójnego układu fluorków, aluminium, baru i sodu, oraz ich ciężary właściwe w temperaturach pomiędzy 800 a 1000°. Poza tem oznaczono punkty topliwości całego szeregu sześciokładnikowych stopów aluminium.

Po ukończeniu tych wszystkich pomiarów i doświadczeń, opracowano szczegółowy plan instalacji i uruchomienia dużego fabrycznego elektrolizera obliczonego na 10 000 A.

W lecie roku ubiegłego całkowita instalacja była przygotowana i uruchomiona. Ponieważ już pierwsze otrzymane próby zawierały czystego aluminium 99,73%, należy sądzić, że elektrolitycznie rafinowane aluminium da się uzyskać w bardzo wysokiej czystości. Naskutek jednak zawodu, jaki sprawiły przetwornice elektryczne z powodu wadliwego wykonania, pracę wstrzymano, a wznowienie jej nastąpi zapewne w maju b. r.

Całość instalacji jest obliczona na 5 dużych elektrolizerów, produkujących 120 tonn rafinowanego aluminium rocznie. Pracę tę wykonują pp. inż. inż. Zaleski i Kotowicz.

Następnym tematem było elektrolityczne otrzymywanie magnezu. W omawianym okresie ukończone zostały prace na półtechniczną skalę. Opanowano ruch elektrolizera, uzyskując surowy magnez o czystości 99,61%. Zagadnieniem tem interesował się p. inż. Kaczorowski.

Obecnie temat ten podjęto w zwiększonej skali przygotowując instalację dla odwadniania chlorku magnezu, oraz elektrolizer na produkcję ok. 8 kg na dobę, nad czem pracuje p. inż. Kotowicz.

Wreszcie tematem, którym się od dość dawna zajmujemy w tej grupie, była elektroliza chlorku aluminium. Po bardzo licznych doświadczeniach i uciążliwych próbach, doszło się wreszcie do opracowania metody, pozwalającej na wydzielanie z chlorku aluminium aluminium litego w warstwach dowolnej grubości. Czynniki, mającymi tutaj zasadnicze znaczenie, są: przygotowanie elektrolitu o dużej czystości według naszej oryginalnej metody, niszczenie grubokryształicznej struktury osadu katodowego przy pomocy czynników mechanicznych jak i do datków do elektrolitu, odpowiednia temperatura, warunki prądowe i t. d. Opracowane przez nas metoda wydzielania z chlorku aluminium dowolnej grubości warstw aluminium może wprowadzić zmiany w rafinacji, a nawet w hutnictwie aluminium. Proces ten bowiem przebiega w znacznie niższej temperaturze, niż w metodzie tlenkowej, przy znacznie niższym zużyciu energii elektrycz-

nej (przy rafinacji np. aluminium naszą nową metodą zużycie energii wynosi tylko 1 kW (na 1 kg Al). Ma on poza to znaczenie gospodarcze, gdyż surowcem wyjściowym mogą być krajowe gliny. Pracują nad tym tematem pp. inż. inż. Weber i Kaczorowski.

Do tej również grupy tematów należą nasze prace z dziedziny galwanotechniki. Osiągnięte przez nas wyniki nad teoretycznym uzasadnieniem i wypośrodkowaniem odpowiedniego składu mieszanek dla najrozmaitszych procesów galwanotechnicznych znalazły swój sprawdzian w paroletniej produkcji preparatów w naszym Dziale Soli Galwanotechnicznych w C. D. A. Ze stanowiska propagandy krajowych preparatów, ze względu na ich wysoką jakość, przewyższającą częstość zagraniczne wyroby o światowym rozgłosie, praca pioniersko-społeczna została ukończona. Zgodnie z naszymi celami, postanowiliśmy przekazać całkowity dorobek teoretyczny i praktyczny krajowym fabrykom. Pracował tutaj p. inż. Weber.

Urządzono kilka kursów galwanotechnicznych, przygotowując cały szereg zupełnie do brych fachowców. Kierowali kursami pp. inż. inż. Zaleski i Kaczorowski.

Trzecia grupa tematów obejmowała zagadnienia z zakresu przeróbki i zastosowania spirytusu.

Przemysł spirytusowy, jakkolwiek nie posiada nieużytecznych odpadków, to jednak daje szereg rodzajów spirytusu, których bezpośrednio zastosowanie, szczególnie niższych jakości, jest ograniczone zarówno pojemnością rynku, jak również ze względu na wymagane własności spirytusu do różnych celów. Dla większej swobody w dysponowaniu spirytusem przeprowadzono próby nad zastosowaniem jego mniej wartościowych gatunków do nowych celów, oraz oczyszczaniem ich dla otrzymywania produktów wyższej jakości.

Spirytusy, jak drożdżowy i podobne, mają ograniczone zastosowanie, głównie ze względu na dużą zawartość aldehydu octowego. Tych zanieczyszczeń zwykłą rektyfikacją usunąć nie można, odwadnianie zaś powoduje niemożliwe do przezwyciężenia trudności. W wyniku badań opracowano sposoby oczyszczania spirytusu niższej jakości przez polimeryzację aldehydów. Najlepszym czynnikiem do tego celu okazał się wodorotlenek sodowy w odpowiedniej koncentracji. Po ustaleniu wszystkich danych w laboratorium, metodę wypróbowano na skalę półtechniczną, poczem w skończonej formie znalazła ona zastosowanie w skali fabrycznej. Dzisiaj rektyfikacja Starogardzka oczyszcza tą drogą spore ilości mało wartościowej surowki, otrzymując spirytus zupełnie odpowiedni dla wielu celów technicznych. Pracowa-

wali nad tem zagadnieniem pp. dr. Bąkowski i inż. L. Kowalczyk.

Dużo również uwagi poświęcono procesowi odwadniania poślednich gatunków spirytusu. Stwierdzono, że według obecnie przyjętych sposobów, odwadnianie jest możliwe, gdy zawartość zanieczyszczeń nie przekracza pewnej normy. W przeciwnym razie, aby otrzymać spirytus odwodniony żądanej mocy i czystości, niezbędne są pewne zmiany w aparaturze i sposobie prowadzenia procesu. Wypośrodkowano dalej najodpowiedniejszy skład środka odwadniającego, oraz ustalono liczbę potrzebnych rozdzielaczy i wielkość dodatkowych kolumn rektyfikacyjnych. Nad tem zagadnieniem pracowali pp. mgr. Sosnowski i Trzeszczanowicz.

Odpowiednie metody i zmiany w aparaturze zostały opatentowane. Obecnie są częściowo realizowane w nowo budujących się zakładach. Ponadto opracowuje się szereg teoretycznych zagadnień, związanych z unifikacją sposobu azeotropowego odwadniania tak, ażeby w jednym nieprzerwanym procesie otrzymać spirytus odwodniony o czystości pozwalającej na zastosowanie go do wszelkich celów, czy to technicznych, czy konsumpcyjnych. Nad rozwiązaniem tego problemu pracuje p. dr. Bąkowski.

Z dziedziny materiałów napędowych wykonano próby z mieszkankami spirytusowo-benzynowo-gazolinowymi i benzolowo-gazolinowymi.

Pozatem opracował p. dr. Bąkowski kontaktową metodę otrzymywania acetonu ze spirytusu. Na sporządzonym katalizatorze otrzymano aceton w ilości odpowiadającej 90% wydajności teoretycznej. Metoda ta została zgłoszona do opatentowania.

W dalszym ciągu zajmowano się intensywnie poszukiwaniem nowych środków do skażania spirytusu. Na podstawie licznych doświadczeń stwierdzono, że przy wszystkich dotychczas znanych i projektowanych środkach skażających, powiększenie ich zawartości w spirytusie do pewnej granicy potęguje przykry smak denaturatu i utrudnia jego odkażanie. Jednocześnie jednak w stopniu odwrotnie proporcjonalnym, a nawet większym, pogarszają się własności denaturatu jako paliwa, pomijając podrażnienie skażania.

Oprócz tego opracowuje się szczegółową monografię, obejmującą całokształt zagadnienia denaturacji.

W związku z zagadnieniem denaturacji, próbowano zrealizować koncepcję zastąpienia denaturatu innym paliwem, otrzymywanym z alkoholu. Jako takie wypróbowano alkohol butylowy, który może być otrzymywany metodą kontaktową ze spirytusu. Butanol może być spalany bezpośrednio w stosowanych obecnie palnikach spirytusowych

po wprowadzeniu w nich jedynie niewielkich zmian konstrukcyjnych. Pracowali tutaj pod ogólnym kierownictwem p. dr. Bąkowskiego pp. mgr. Sosnowski i Treszczanowicz“.

Inż. Halina Starczewska złożyła sprawozdanie z prac Działu Węgla Aktywnego:

„W okresie sprawozdawczym obok Działu Węglowego powstał w Chemicznym Instytucie Badawczym samodzielny Dział Węgla Aktywnego pod kierownictwem, a od grudnia ub. r. pod opieką p. Ministra Prof. Wojciecha Świętosławskiego.

W Dziale tym podjęto badania nad otrzymywaniem węgla aktywnych dla gazów i par, węgla odbarwiających, oraz nad praktycznym zastosowaniem tych węgla w różnych gałęziach przemysłu. Należy zaznaczyć, że aczkolwiek zagadnienie otrzymywania węgla aktywnego zostało już zarówno zagranicą jak też w Polsce wszechstronnie opracowane, to jednak węgiel ten, ze względu na swoją wysoką cenę, nie może być w chwili obecnej użyty masowo.

To też przedewszystkiem podjęto badania nad możliwością otrzymania taniego węgla aktywnego, o dostatecznie wysokich własnościach chłonnych. W wyniku prac laboratoryjnych, prowadzonych przez inż. H. Starczewską, udało się otrzymać materiał, który całkowicie odpowiada powyższym wymaganiom.

Okazało się, że stosując, jako surowiec, półkoks specjalnie preparowany i poddając go działaniu par lub gazów w odpowiedniej temperaturze, można otrzymać węgiel aktywny, kilkakrotnie tańszy od węgla znajdującego się na rynku; węgiel odznacza się wybitnymi własnościami chłonnymi, ustępuje nieznacznie węglowi ogólnie stosowanemu i znacznie droższemu. Pozorny ciężar właściwy tego węgla można regulować w dość szerokich granicach, zależnie od przeznaczenia. Trzeba podkreślić znaczną wytrzymałość mechaniczną węgla Ch. I. B., niezmiernie ważną w przypadku użycia węgla do celów przemysłowych.

Na podstawie wyników doświadczeń, prowadzonych na skalę laboratoryjną w piecu retortowym, pozwalającym przerabiać około 10 kg surowca na dobę, opracowano projekt instalacji półtechnicznej na 100 kg. Po uzyskaniu subwencji z Zakładu Ubezpieczeń od Choroby, instalację tę wybudowano na terenie Ch. I. B. i przystąpiono na jesieni roku ubiegłego do prób na skalę półtechniczną.

Badanie prób węgla aktywnego Ch. I. B. wykazało, że węgiel ten może znaleźć zastosowanie wszędzie, zastępując węgiel droższy produkowany obecnie z innego materiału.

Badania przeprowadzone nad regenera-

cją węgla Ch. I. B. przy adsorbpcji par benzenu wykazały, że węgiel ten nie traci swych własności chłonnych przy wielokrotnej regeneracji.

W chwili obecnej prowadzone są prace nad usprawnieniem działania instalacji półtechnicznej — oraz przystosowaniem jej do otrzymywania węgla odbarwiających z węgla drzewnego.

W okresie sprawozdawczym przeprowadzono specjalne badania nad odbarwieniem soków syropowych, otrzymywanych przy produkcji glukozy i syropu ze skrobi ziemniaczanej. Badania te zakończono w skali laboratoryjnej z wynikiem dodatnim.

Prowadzone są również doświadczenia badania nad odbarwianiem oleji żywicznych i ich zastosowaniem do wyrobu pokostów i mydeł żywicznych.

W chwili obecnej w skład Działu Węgla Aktywnego wchodzi: p. inż. H. Starczewska w charakterze zastępcy Kierownika Działu, i p. inż. K. Hołowiecki“.

Dr. J. Salcewicz złożył sprawozdanie z prac Działu Węglowego:

„Prace Działu Węglowego, prowadzone pod kierownictwem, a od grudnia ub. r. pod opieką p. Ministra Prof. Wojciecha Świętosławskiego, zaznaczyły się konkretnym rozwiązaniem w okresie sprawozdawczym szeregu zagadnień w kilku dziedzinach technologii węgla.

Przedewszystkiem więc, opierając się na kilkuletnich badaniach fizyko-chemicznej strony procesu koksowania, opracowano sposób otrzymywania dobrego koksu hutniczego z węgla niekoksujących młodszych formacji, należących do typu gazowo-płomiennych.

Dążąc do technicznego zrealizowania opracowanej metody, wybudowano na terenie Chemicznego Instytutu Badawczego dwie małe instalacje półtechniczne, umożliwiające prowadzenie procesu koksowania w dwóch oddzielnych stadjach. Pierwsze stadjum polegało na półkoksowaniu brykietów w piecu komorowym do temperatury 600° z zastosowaniem przeponowego sposobu ogrzewania załadowanego materiału. Drugie stadjum procesu sprowadzało się do bezprzeponowego dokoksowywania półkoksu w piecu szybowym do temperatury 1000 — 1300°. Ponieważ rezultaty pracy obu instalacji były pomyślne, gdyż otrzymywano półkoks pierwszorzędnej jakości, a wyprodukowany koks odznaczał się dużą wytrzymałością mechaniczną i fizykochemicznymi zaletami, właściwymi dobrem koksom hutniczym, powstała możliwość realizacji opracowanej metody w większej skali półtechnicznej. To też, opierając się na danych doświadczalnych, dotyczących warunków termicznego przebiegu procesów półkoksowania i dokoksowywania, sposobu od-

bioru produktów dystylacji, doprowadzania i odprowadzania gazów ogrzewniczych, stosowania ściółki węglowej i po uwzględnieniu szeregu czynników o charakterze technicznym, zaprojektowano, a następnie wybudowano na terenie Starachowickich Zakładów Górniczych piece komorowy i szybowy, umożliwiające produkcję półkoku i koksu w ilościach do 6 tonn na dobę. Wstępne doświadczenia wykazały sprawność funkcjonowania obu tych instalacyj, oraz możliwość znacznego modyfikowania warunków prowadzenia pracy, co przedstawia dużą zaletę, ważną szczególnie dla celów badawczych.

Pragnąc stwierdzić zarówno stopień przydatności do celów hutniczych i metalurgicznych koksu, wyprodukowanego z węgla niekoksującego z dodatkiem paku, jak też sprawdzić technologiczną wartość metody Chemicznego Instytutu Babawczego, we wrześniu ub. roku przystąpiono do produkcji kilkuset tonn koksu, celem przeprowadzenia prób w wielkim piecu i kupolaku. Należy przytem zaznaczyć, że jest to doświadczenie, jakie w tej skali i dla podobnego materiału nie było wykonywane ani u nas, ani też zagranicą. Produkcja koksu na terenie Starachowic jest obecnie w toku i do dnia dzisiejszego przerebiono na półkoks i koks około 400 tonn brykietów, wykonanych dzięki uprzejmości p. Gen. Dyrektora T. Morawskiego w Kopalni „Ema” Rybnickiego Gwarectwa Węglowego.

Niezależnie od omówionych wyżej prac, w Dziale Węglowym prowadzono z dobrym wynikiem dalsze prace nad koksowaniem górnosląskich węgli spiekających. Doświadczenia te, mające na celu poprawę jakości koksu górnosląskiego, zostaną wkrótce powtórzone w większej skali w instalacjach na terenie Starachowic.

W zakresie badań nad otrzymywaniem brykietów bez lepiszcza wykonano serję dalszych doświadczeń nad brykietowaniem w temperaturze 400° zarówno węgla spiekających, jak i niespiekających. Otrzymane w ten sposób brykiety poddawano następnie półkoksovaniu i koksowaniu. Poza tem, mimo znacznych trudności technicznych przy ogrzewaniu miazgi węglowej, związanych między innymi z samozapalaniem się i z zalepianiem przez plastyczną masę węgla niektórych części aparatury, została skonstruowana mała instalacja półtechniczna do bardzo prędkiego ogrzewania węgla do temperatury 400°.

Równolegle do prac nad otrzymywaniem koksu, prowadzone były badania nad smołą pierwotną, otrzymywaną w procesie półkoksowania jako produkt uboczny. W szczególności w pracach tych zmierzano do opracowania metody przeróbki smoły na pak, przydatny do produkcji brykietów przeznaczonych

do koksowania, z możliwie dużą wydajnością. W wyniku badań poznano mechanizm procesu przemiany smoły na pak pod wpływem działania powietrza w temperaturze 200°. Uzyskano wydajność wynoszącą powyżej 70% oraz zaprojektowano aparaturę, umożliwiającą prowadzenie procesu w sposób ciągły.

W związku z badaniami nad przydatnością różnych węgla do celów koksownictwa, zmodyfikowano metodę oznaczania liczby spiekania węgla, opracowaną w 1929 r. przez B. Rogę, dostosowując ją do badania węgla słabo spiekających przez badanie mieszanin tych węgla z węglami dobrze spiekającymi. Metoda B. Rogi, w tej jej modyfikacji, umożliwi racjonalny dobór mieszanin w koksowniach i, tem samem, przyczyni się do poprawy jakości produkowanego koksu.

W zakresie prac nad samozapalaniem się węgla ustalono na drodze szeregu obserwacyj, że z różnicy punktów zapłnienia węgla i jego miazgi, można oznaczyć stopień skłonności węgla do samozapalania się. Dla węgla łatwo samozapalnych różnica ta jest nieznaczna, przeciwnie — dla trudniej samozapalnych dochodzi nawet do kilkuset stopni.

Mając na uwadze opracowanie najbardziej racjonalnego sposobu magazynowania węgla i koksu, celem zachowania przez nie odpowiednich własności fizyko-chemicznych, od paru lat prowadzi się okresowe badania zmian tych własności w różnych warunkach przechowywania. Między innymi załadowano kilka gatunków węgla do zbiorników betonowych napełnionych wodą. Wyniki tych badań dadzą się ustalić po upływie 4—5 lat magazynowania.

Z pośród innych tematów należy wymienić doświadczenia z zakresu flotacji próżniowej, które pozwoliły na usunięcie części mineralnych w miale węglowym do zawartości 0,5 do 1,7% popiołu, oraz prace nad poznaniem procesów fizyko-chemicznych, zachodzących podczas redukcji małowartościowych polskich rud żelaznych zapomocą gazów redukcyjnych. Prócz tego poświęcono znaczną uwagę metodycznemu opracowaniu nowych sposobów dystylacji cieczy oraz badaniom kalorymetrycznym efektów cieplnych, zachodzących w sposób ciągły.

Podobnie, jak i w latach poprzednich, wykonano cały szereg analiz i ekspertyz dla instytucyj państwowych i przemysłu węglowego. Z zakresu badań prowadzonych w Dziale Węglowym ogłoszono drukiem 12 przyczynków naukowych.

W okresie sprawozdawczym nastąpiła znaczna zmiana personelu inżynierskiego, pozostająca w związku z odejściem dotychczasowych pracowników do przemysłu na stanowiska odpowiadające ich specjalnościom. Kolejno więc odeszli z Działu pp.: inż. M. Gro-

chowski, inż. J. Krzyżkiewicz, inż. Cz. Wyszwiński, Dr. M. Chorąży i inż. H. Nariewicz, zostali zaś przyjęci pp.: inż. St. Gąsiorowski, dr. J. Salcewicz, inż. G. Hantke, inż. E. Ramotowski, inż. G. Pomorski, inż. A. Klukowski, inż. A. Jarczyński i inż. S. Stasikowski“.

Inż. J. Pfanhauser zdał sprawę z prac Działu Analitycznego i wydawnictwa „Przemysł Chemiczny”.

„Dziewięciomiesięczny okres sprawozdawczy od 1. VII. 1934 do 31. III. 1935 r. wykazuje jeszcze duże niedobory działu, wynoszące 17299,10 zł., ale już okres następnych dziewięciu miesięcy od 1. IV. do 31. XII. 35 r. prawie, że się bilansuje, wykazując niedobór 2531,14 zł. Należy to podkreślić tembardziej, że z racji ogólnie ciężkiej konjunktury dział zmuszony był poobniżyć ceny na niektóre analizy.

Dział w roku 1935 wykonał ogółem 8467 oznaczeń chemicznych ilościowych, co najmniej podwójnych. W powyższej sumarycznej liczbie partycypowały: Oddział Analizy Metali w ilości 4668 (54%) (w r. ub. 5400 ozn. = 63%); Oddział Analizy Węgla w ilości 2381 ozn. (27,5%) (w r. ub. 2035 ozn. = 23,8%); Oddział Analizy Ogólnej w ilości 1598 ozn. (18,5%) (w r. ub. 1126 = 13,2%).

W porównaniu z rokiem ubiegłym nasilenie w Oddziale Metali było nieco mniejsze, wzrosło natomiast w Oddziale Analizy Węgla i Analizy Ogólnej.

Oddział zatrudniał w roku ubiegłym 12 pracowników, w tem 3 z wyższem wykształceniem, 5 techników chemików oraz 4 лаборantów.

Wskaźnik wydajności pracy w dziale analitycznym, obliczony na jednego pracownika umysłowego na dzień, wykazuje stałą zwyżkę, przy równoczesnej zniżce kosztów własnych jednego oznaczenia, jak to wynika z następującego zestawienia za okres sześcioletni istnienia Działu.

		Przciętny koszt jednego oznaczenia	
W roku 1930	wynosił 1,8 oznaczeń	26,6	zł.
„ „ 1931	„ 2,1 „	20,0	„
„ „ 1932	„ 1,8 „	22,6	„
„ „ 1933	„ 2,6 „	19,7	„
„ „ 1934	„ 3,6 „	10,4	„
„ „ 1935	„ 4,3 „	11,0	„

Cyfry te świadczą o stałym usprawnieniu organizacji i metod pracy.

Przy sposobności sprawozdania działowego chcemy zwrócić uwagę na wyjątkowo trudne zadania naszego Działu. Należy bowiem przy stosunkowo szczupłym personelu, ograniczonych środkach i pomieszczeniach. połączyć pracę analityczno-badawczą z niepomierne różnorodnych działów analizy technicznej z pracą o cechach szybkiej kontroli

fabrycznej, której wymaga od nas głównie Instytut Metalurgji i Metaloznawstwa. Chcąc sprostać temu zadaniu, prowadzimy organizację pracy naszego działu w ten sposób, że staramy się szkolić pod kierunkiem już wykwalifikowanych starszych chemików rutynistów młode siły zastępcze, zapewniając z jednej strony ciągłość pracy w okresach wyjątkowego nasilenia, urlopów, choroby i t. p., z drugiej — możliwość okresowego kontrolowania dokładności pracy przez wykonywanie tych samych oznaczeń odmiennie znakowanych przez dwóch analityków.

Realizując częściowo zamierzenia z lat ubiegłych, dział wysłał zagranicę jednego ze swych inżynierów dla zwiedzenia wzorowo urządzonych pracowni analitycznych i to zarówno o charakterze badawczo-naukowym, jak też przemysłowym, a mianowicie:

w Szwajcarii: Ecole de Chimie przy Uniwersytecie w Genewie, Eidgenössische Materialprüfungsanstalt w Zurichu, Aluminiumindustrie A. G. w Neuhausen,

w Belgji: laboratorja w Fabrique Nationale d'Armes de Guerre, i

w Niemczech: Kaiser Wilhelm Institut für Eisenforschung w Düsseldorfie, laboratorja w zakładach Kruppa w Essen, oraz w zakładach I. G. Farbenindustrie w Leverkusen, Ludwigshafen i Düisburger Kupferhütte.

W rezultacie poczynionych spostrzeżeń i obserwacji, dział sprowadził szereg aparatów o wypróbowanej użyteczności do analizy fotometrycznej, potencjometrycznej, mikroanalitycznej i t. p. W szczególności zwrócono uwagę na zakup urządzeń, któreby usprawniły i skróciły czas wykonywania często powtarzających się składników w żeliwach i stalach, metalach kolorowych i białych oraz węglach.

Obok szkolenia wspomnianej wyżej kadry analityków specjalistów, zwróciliśmy również uwagę na prace z zakresu analityczno-badawczego w organizującym się oddz. analityczno-badawczym, który uwzględnia:

a) prowadzenie systematycznego przeglądu bieżącej literatury obcej z zakresu chemji analitycznej,

b) kontrolę metod zaczerpniętych z literatury i opracowywanie nowych metod analitycznych,

c) utrzymanie kontaktu nazewnątrz z takimi instytucjami, jak: Komisja Normalizacyjna M. S. Wojsk., Ministerstwa: Przemysłu i Handlu oraz Komunikacji, Sekcja Analityczna przy Polskiem Towarzystwie Chemicznem, Towarzystwo Wojskowo-Techniczne i t. p.

Obok prac Działu Analitycznego, Kierownik Działu prowadzi również prace na terenie Zakładu Chemji Ogólnej Politechniki

Warszawskiej. W roku sprawozdawczym były one częściowo subwencjonowane przez Fundusz Badawczy Chemicznego Instytutu Badawczego w kwocie 5.000 zł.

Zajmowano się następującymi tematami:

I. Metoda analitycznego oznaczania składników skroplonego gazu ziemnego. W uzupełnieniu prac nad izolowaniem indywidualów węglowodorowych ze skroplonego gazu ziemnego, t. zw. gazolu lub eteryny, które zostały opublikowane w jubileuszowym zeszycie Przemysłu Chemicznego, podjęto pracę, wykorzystującą nasze doświadczenie zdobyte uprzednio do konstrukcji aparatu analitycznego do ilościowego oznaczania węglowodorów w skroplonym gazie ziemnym. Jakkolwiek istnieje dokładny aparat Podbielniaka, umożliwiający analizę mieszanin węglowodorów, to jednak przemysł borysławski z niecierpliwością oczekuje aparatu uproszczonego, który możnaby oddać w ręce mniej wykwalifikowanego personelu. Zasada naszej aparatury jest tego rodzaju, że umożliwia bezpośrednio chwytanie poszczególnych frakcyj, odpowiadających indywidualom węglowodorowym i odczytywanie ich objętościowo, co nie było dotychczas zastosowane w aparaturze Podbielniaka. Aparat jest gotów w modelu. Referat zgłoszony na Zjazd Naftowy w Borysławiu w maju r. b. Dokładność oznaczeń technicznych zadawalająca. Współpracownik inż. B. Więclawek.

II. Próby stosowania skroplonego gazu ziemnego do oczyszczania mało wartościowych produktów fabrykacji terpentyny. W uzupełnieniu prac wykonywanych w Dziale Węgla Aktywnego, próbowano z korzyścią stosowanie gazolu do uszlachetniania wyżej wymienionych produktów. Współpracownik — inż. Antoszczyk.

Z kolei inż. Pfanhauser odczytał sprawozdanie redakcyjne czasopisma „Przemysł Chemiczny“.

„Roczniki „Przemysłu Chemicznego” 18-ty i 19-ty, wydane w okresie sprawozdawczym, mają nierówną objętość (692 i 272 strony).

W roku 1934 redakcja wydała bowiem, pracując w składzie nie zwiększonym, z finansową pomocą „Komitetu Uczczenia 30-lecia Pracy Naukowej Pana Prezydenta, zeszyt jubileuszowy, poświęcony przez chemików polskich Panu Prezydentowi, który to zeszyt objął sam 526 stron. Z ramienia tegoż Komitetu redakcja wydała prócz tego książkę zbiorową (160 stron druku, formatu „Przemysłu Chemicznego”) p. t. „Profesor Dr. Ignacy Mościcki; Życie i działalność na polu nauki i techniki”, na którą złożyły się prace pp. Drewnowskiego, Klinga, Kwiatkowskiego, Leśnińskiego, Modzelewskiego,

Suchowiaka, Świętosławskiego i Wasilewskiego. Poza to redakcja wykończyła i wydała dwa tomy Sprawozdań z prac Ch. I. B., które s. p. Dyr. Martynowicz wręczył Panu Prezydentowi przy uroczystości odsłonięcia tablicy pamiątkowej przed ostatniem Walnem Zgromadzeniem. Rocznik 1935 wskutek tego obciążony był likwidowaniem składów drukarskich, pozostałych po roku jubileuszowym, oraz dużym brakiem materiałów w tece redakcyjnej na początku roku“.

Następnie inż. Wacław Szukiewicz złożył sprawozdanie z prac Działu Syntezy Kauczuku:

„W okresie sprawozdawczym prace Działu Syntezy Kauczuku rozwijały się pomyślnie dalej, osiągając szereg zdobyczy realnych. Opierając się na wynikach prób laboratoryjnych, wybudowano instalację półtechniczną w celu otrzymania większej ilości kauczuku erytrenoego. Z otrzymywanego kauczuku sztucznego, nazwanego „kerem”, wykonano szereg artykułów technicznych, wyjaśniając, że otrzymywany „ker” z powodzeniem może zastąpić kauczuk naturalny w większości artykułów gumowych. Wyprodukowano opony samochodowe z protektorami z keru, które dobrze wytrzymały próby praktyczne, przebiegając po najrozmaitszych drogach i w różnych porach roku 18 000 km, wykazując małą ścieralność i pozostając dalej w stanie używalnym.

Przerób keru zbliżony jest do przerobu kauczuku naturalnego, lecz wykazuje pewne odrębności, które wymagają w pewnych stadiach przerobu zastosowania metod specjalnych.

Prace na instalacji półtechnicznej pozwoliły na zbadanie przydatności szeregu materiałów oraz aparatów technicznych i wyjaśnienie najlepszych sposobów prowadzenia procesu fabrycznego.

Zbadano również możliwość wyzyskania otrzymywanych produktów ubocznych. Stwierdzono, że prawie wszystkie produkty dadzą się przerobić na wartościowe produkty handlowe. Wyjaśniono możliwość otrzymywania t. zw. erytrolu — mieszaniki nadającej się do skażania spirytusu, eteru, alkoholu butylowego oraz frakcji węglowodorów, nadającej się jako rozpuszczalnik do lakierów.

Osiągnięto znaczny sukces przez zwiększenie wydajności produkowanego „keru”. Otrzymane rezultaty pozwalają na stwierdzenie, że sprawa kauczuku syntetycznego w Polsce staje na gruncie realnym, mając konkretne widoki realizacji praktycznej. W Dziale pracują inżynierowie: Szukiewicz, Cybulski, Klonowski, Terlecki, Werbowski i Loria“.

Po ożywionej dyskusji nad poszczególnymi sprawozdaniami, podczas której podno-

szo z uznaniem tak osiągnięte wyniki, jak i ilość tematów, uchwalono przyjęcie sprawozdań do wiadomości, wyrażając przytem podziękowanie Wydziałowi Czynnemu i Pracownikom Instytutu za ich owocną pracę.

W punkcie 7-ym uchwalono przedstawić Walnemu Zgromadzeniu zmiany statutowe

w brzmieniu zaproponowanem przez Wydział Czynny.

Wobec niezgłoszenia ani wniosków ani interpelacyj, Przewodniczący zamknął posiedzenia, poczem Pan Prezydent R. P. i pp. Kuratorowie zapoznali się z eksponatami z prac Instytutu, przyczem wyjaśnien udziału Kierownicy Działów i Ich Zastępcy.

SPRAWOZDANIE

Z XIII ZWYCZAJNEGO WALNEGO ZGROMADZENIA CHEMICZNEGO INSTYTUTU BADAWCZEGO

W dniu 25 marca r. b. odbyło się w gmachu Chemicznego Instytutu Badawczego XIII Zwyczajne Walne Zgromadzenie Członków Instytutu.

W Zgromadzeniu wzięło udział obecnych i zastąpionych przez pełnomocnictwa 49 Członków Stowarzyszenia, ponadto jako gość, delegat Unji Polsk. Przem. Górn.-Hutn., b. min. A. Olszewski, oraz rejent Marjan Kurman, zaproszony do protokółowania zmian statutowych.

O godzinie 13,15 Doc. Dr. L. Wasilewski stwierdził prawomocność zebrania wobec reprezentowanych głosów 49 przy wymaganej absolutnej większości głosów 38.

Następnie Dr. Wasilewski proponuje na Przewodniczącego zebrania p. Prof. Kazimierza Sławińskiego, co zebrani jednomyślnie uchwalają. Na Sekretarza Przewodniczący zaprasza p. plk. Kazimierza Moniuszkę.

Po przyjęciu porządku dziennego, Przewodniczący wygłosił krótkie przemówienie ku czci zmarłych: Kuratora Instytutu, ś. p. Dr. inż. Stefana Ossowskiego, Dyrektora Instytutu, ś. p. Dr. Zenona Martynowicza, oraz Członka Założyciela, ś. p. Prof. Stanisława Tolłoczki, i wezwał Zebranych do uczczenia Ich pamięci przez powstanie.

Następnie Przewodniczący udzielił głosu Dr. L. Wasilewskiemu, który przedstawił Walnemu Zgromadzeniu, po krótkiej motywacji, następujący wniosek:

„W związku z uroczystościami żałobnymi ku czci Kuratora Instytutu, ś. p. Dr. inż. Stefana Ossowskiego, i przesunięciem obrad Kuratorjum Instytutu na godz. 15,45 Walne Zebranie uchwała przerwać obrady do godziny 18,30 w celu uzyskania od Kuratorjum niezbędnych materiałów”.

Po stwierdzeniu jednogłośnego przyjęcia powyższego wniosku, przewodniczący zarządził przerwę do godziny 18,30.

Po wznowieniu obrad o godzinie 18,30 Przewodniczący stwierdził, że obecnych i re-

prezentowanych przez pełnomocnictwa jest 57 Członków. Obecny jest nadto rejent Marjan Kurman dla protokółowania zmian statutowych.

Na wniosek Przewodniczącego uchwalono przesunięcie punktu drugiego porządku dziennego (t. j. odczytanie protokołu ostatniego Walnego Zgromadzenia) przed punkt 6-ty. Następnie przystąpiono do punktu 3-go obrad, w którym Doc. Dr. L. Wasilewski, w zastępstwie chorego Dyrektora, Prof. Dr. Kazimierza Klinga, składał sprawozdanie ogólne z działalności Instytutu, oraz finansowe za czas od 1. VII. 34 r. do 31. III. 35 r., następnie omówił okres po 1. IV. 35 r., charakteryzując zmianę sytuacji finansowej Instytutu po uzyskaniu dotacji rządowej, oraz podkreślając rozwój Instytutu i osiągnięte wyniki z prac.

W punkcie 4-ym Walne Zgromadzenie uchwaliło na wniosek Kuratorjum Instytutu udzielenie Wydziałowi Czynnemu absolutorjum za okres od 1. VII. 34 r. do 31. III. 1935 r.

W punkcie 5-ym zdawali kolejno sprawozdania z prac Instytutu:

a) Prof. Dr. J. Czochralski z Działu Metalurgicznego;

b) Doc. Dr. L. Wasilewski z Działu W. P. N., Spirytusowego i z prac zleconych przez M. P. i H.;

c) Inż. H. Starczewska z Działu Węgla Aktywnego;

d) Dr. J. Salcewicz z Działu Węglowego i z prac zleconych przez M. P. i H.;

e) Inż. J. Pfanhauser z Działu Analitycznego i wydawnictwa „Przemysł Chemiczny”;

f) Inż. W. Szukiewicz z Działu Syntezy Kauczuku.

Po krótkiej ożywionej dyskusji nad poszczególnymi referatami, Walne Zgromadzenie uchwalilo przyjąć je do wiadomości.

Protokół XII Walnego Zgromadzenia, po odczytaniu przez inż. Z. Zaleskiego, przyjęto bez dyskusji.

W sprawie zmian statutowych uchwalono,

na wniosek Prof. J. Czochralskiego, przyjąć je bez dyskusji w brzmieniu ustalonym przez Kuratorjum, upoważniając jednocześnie Zarząd Instytutu do skutecznego w przyjętym statucie Instytutu poprawek stylistycznych, oraz wamaganych przez Władze Administracyjne, w celu uzgodnienia statutu z obowiązującymi przepisami o Stowarzyszeniach.

Na wniosek Przewodniczącego, w związku z rezygnacją Dyr. E. Trepki, uchwalono wybrać do Komisji Rewizyjnej: Inż. K. Gór-

skiego, Inspektora G. Scholtza, oraz Prof. Dr. J. Zawadzkiego.

Kwestję wyboru Członków Kuratorjum, po ożywionej dyskusji, uchwalono odłożyć do następnego Walnego Zgromadzenia.

Wobec tego, że przy punkcie 9-y nikt z zebranych nie zgłosił żadnych wniosków ani interpelacji, Przedwoniczący uznał Walne Zgromadzenie za zamknięte, poczem Zebrani z zainteresowaniem oglądali ekspozycję z prac Instytutu.

Oznaczenie ciężarów właściwych cieczy w skali mikro sposobem barwnych smug

Sur la détermination à l'échelle micro de la densité des liquides par la méthode des filets colorés

M. STRUSZYŃSKI

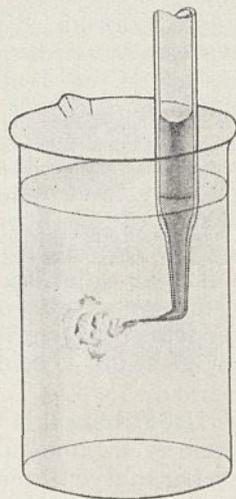
Nadeszło 15 października 1935

W praktyce analitycznej zachodzi często potrzeba oznaczania ciężarów właściwych małych ilości cieczy. Najprostszy sposób oznaczania polega na mierzeniu ciężarów właściwych zapomocą areometrów. Gdy jednak ilość substancji, którą rozporządzamy jest niewielka, wtedy stosuje się piknometry. Rozmiary tych przyrządów dobiera się do ilości posiadanej próbki. Wykonanie pomiaru, a tembardziej otrzymanie dokładnych wyników w przypadku małych ilości cieczy, np. paru cm^3 i nawet jeszcze mniejszych, jest rzeczą trudną i kłopotliwą. Opracowany sposób jest natomiast bardzo prosty i łatwy, dostatecznie dokładny i pozwala wykonać oznaczenie nawet wtedy, gdy rozporządzamy kilkoma kroplami substancji. Jest on oparty na następującym zjawisku: jeżeli do odpowiednio dobranej cieczy będziemy w pewnych określonych warunkach wprowadzali ostrożnie niewielkie ilości drugiej, rozpuszczającej się w niej, to zależnie od ciężarów właściwych, ta ostatnia będzie początkowo z różną szybkością opadała, bądź podnosiła się do góry, lub pozostanie zawieszona. Naturalnie po krótkim czasie pod wpływem prądów i dyfuzji nastąpi zmieszanie tych cieczy. Zachowanie się wprowadzonej kropli daje się bardzo łatwo zauważyć jedynie wtedy, gdy do bezbarwnego środowiska wprowadzimy ciecz zabarwioną. Gdy zaś dobierzemy takie ciekłe środowisko, aby kropla badana rozplywała się, nie podnosząc się do góry i nie opadając, będzie to świadczyło, że gęstości obydwu cieczy są jednakowe; oznaczając więc ciężar właściwy środowiska, będziemy mieli jednocześnie ciężar właściwy badanej cieczy.

Mamy tu więc zachowanie się cieczy podobne do znanego i wykorzystanego w anali-

zie zjawiska optycznego, które polega na powstawaniu smug przy mieszaniu cieczy, posiadających różne współczynniki załamania światła. Powstające smugi są tem wyraźniejsze, im bardziej różnią się refrakcje obydwóch cieczy. Gdy oprócz tego posiadają one różne ciężary właściwe, to daje się zauważyć takie samo, jak opisano wyżej, opadanie lub wznoszenie się ostrożnie wprowadzonej kropli. Smugi powyższe są jednak bez porównania słabiej widoczne, niż spowodowane zabarwioną kroplą w bezbarwnem środowisku i dla tego do obserwacji ich proponowano stosować specjalne kiuwety oraz mikroskopy, np. systemu A. Toeplera. W analizie zjawisko powstawania smug zostało wykorzystane do oznaczania stężeń roztworów¹⁾, do stwierdzania tożsamości i czystości cieczy.

W proponowanym sposobie powstaje na pierwszy rzut oka wątpliwość, czy dodanie barwnika nie zmieni ciężaru właściwego badanej substancji; do zabarwienia jednak wystarcza tak mała ilość odpowiedniego barwnika, że praktycznie nie wpływa ona zupełnie na zwiększenie ciężaru właściwego bada-



¹⁾ G. Jaeger. Eine einfache Methode zur Konzentrations-Bestimmung von Lösungen. Ber. 61. 1654 (1928).

nej cieczy. Np. gdy wodę dystylowaną zabarwimy znikomą ilością czerwieni rutenowej, kropla tej wody nie opuści się w dół, jeżeli jako środowiska użyjemy tej samej niezabarwionej wody dystylowanej, natomiast względnie szybko podniesie się w wodzie wodociągowej o c. wł. 1,0002.

Wykonanie oznaczenia. Pierwszym zadaniem jest dobór odpowiedniej, cieczy, „środowiska”, w którym robimy doświadczenie. Winna ona rozpuszczać w każdym stosunku ciecz badaną i tworzyć mieszaniny z innymi substancjami, dodawanymi w celu zmiany ciężaru właściwego, a któreby również rozpuszczały badaną substancję. Gdy więc chcemy zbadać jakiś węglowodór, pochodne chlorowcowe węglowodorów i t. p., to jako środowisko weźmiemy takie produkty jak np. benzynę, solwent-naftę, terpentynę i t. p., a do zmniejszenia ich c. wł. można dodawać lekkiej benzyny, eteru etylowego lub naftowego, do zwiększenia zaś — chloroformu i in. Natomiast roztwory wodne spirytusu, acetonu i in. nie nadają się do powyższego celu. Odwrotnie zaś tego rodzaju substancje należy stosować do badania analogicznych cieczy np. wodnego roztworu metanolu i t. p. Wybór odpowiedniego środowiska do badania gęstych cieczy następuje nieraz trudnościami, gdyż czasami dyfuzja rozpuszczalnika do wprowadzonej kropli powoduje szybką zmianę jej c. wł. i utrudnia prawidłowe wykonanie pomiaru.

Gdyby ciecz nie rozpuszczała się wzajemnie w każdym stosunku, to dodawane krople jednej z nich opadałyby, wypływały lub pozostawały zawieszony w drugiej. Aczkolwiek jest to zjawisko łatwe do obserwowania, jednak nie daje prawidłowych wyników przy oznaczaniu ciężarów właściwych. Np. kropla terpentyny, wprowadzona do rozwodnionego acetonu o tym samym c. wł., wypływa odrazu.

Do oznaczania ciężarów właściwych wspomnianych mieszanin najdogodniejszy jest szereg małych areometrów o różnej skali; dobrany ostatecznie ciężar właściwy środowiska można oznaczyć ściślej za pomocą piknometru.

Do zabarwiania badanej próbki może służyć barwnik rozpuszczający się w niej, np. Sudan III, który zabarwia benzen, terpentynę, benzynę i t. p., lub też inny odpowiedni dla roztworów wodnych. Należy dodawać znikomych ilości barwnika, tyle tylko, aby otrzymać wyraźne zabarwienie próbki.

Celem wykonania oznaczenia należy wprowadzać badaną ciecz powoli, małym porcjami, najdogodniej bardzo wąskim strumieniem skierowanym poziomo, wtedy łatwo daje się zauważyć czy zabarwiona smuga opuszcza się, czy podnosi lub pozostaje w miejscu. W tym celu sporządza się specjalną pipetkę

ze zwykłej, posiadającej odciągnięty cienki koniec. Koniec ten ogrzewa się nad małym „oszczędnościowym” płomykiem i szybko odciąga w bok. W ten sposób otrzymuje się włoskowate zakończenie, a po odłamaniu bardzo mały otworek. Otworek ten winien być tak mały, by po wessaniu do pipetki warstewki cieczy wysokości kilku *cm* nie wypływała ona nazewnątrz pod własnym ciężarem.

Doświadczenie wykonywa się w ten sposób, że do małej zlewki wlewa się odpowiednio dobraną ciecz, np. solwent-naftę, spirytus, chloroform, wodny roztwór soli i t. p., w której badana substancja łatwo się rozpuszcza. Zlewkę umieszczamy w dobrze oświetlonym miejscu na białym papierze i pozostawiamy do całkowitego uspokojenia się cieczy (doświadczenie można wykonać również w cylindryku, gdyż w nim ruchy cieczy ustają prędzej). Badaną próbkę zabarwiamy odrobiną barwnika, wsysamy do opisanej pipetki na wysokość $1 \div 3$ *cm*, zamykamy palcem i pogrążamy na $0,5 \div 2$ *cm* do cieczy. Podnosząc ostrożnie palec wprowadzamy trochę próbki. Gdy zabarwiona smuga opada na dno, należy do cieczy „środowiska” dodać nieco innej o ciężarze właściwym większym, np. bromoformu, wody, roztworu soli, lub przeciwnie eteru, acetonu, wody i t. p., gdy kropla wypływa do góry. Im różnica ciężarów właściwych jest mniejsza, tem ruch zabarwionej badanej cieczy jest powolniejszy i tem ostrożniej należy rozcieńczać „środowisko”. Po każdorazowym dodaniu cięższej lub lżejszej substancji należy powtórzyć wprowadzanie kropli z pipety, aż do chwili gdy kropla ta znacznie rozplywa się i nie wykazuje przez pewien czas tendencji podnoszenia się lub opuszczania. Po osiągnięciu tego stanu oznaczamy ciężar właściwy cieczy „środowiska” w zwykły sposób. Chociaż ilość próbki zawartej w pipetce (w razie dostatecznie wąskiego otworu) wystarcza do wykonania opisanych prób, jednak lepiej jest po osiągnięciu równowagi ze środowiskiem nabrać ponownie badanej substancji i sprawdzić jej zachowanie się.

Można również postępować nieco inaczej, a mianowicie po doprowadzeniu środowiska do takiego stanu, że kropla badana będzie jeszcze np. bardzo powoli podnosiła się, oznaczamy areometrem ciężar właściwy; następnie rozcieńczamy środowisko bardzo małą ilością cieczy lżejszej, tak aby kropla bardzo powoli opuszczała się i znowu mierzymy ciężar właściwy. Wtedy poszukiwana wielkość będzie średnią między temi dwiema oznaczeniami (oczywiście o ile nie będą one bardzo różniły się pomiędzy sobą, np. o 0,003 lub odpowiednio więcej lub mniej zależnie od wymaganej dokładności oznaczenia).

Temperatura badanej cieczy nie odgrywa roli, gdyż w czasie wykonywania próby przybiera tę samą wielkość, jaką posiada środowisko.

W niektórych przypadkach, np. gdy zachodzi potrzeba częstego wykonywania podobnych oznaczeń, lub gdy wystarcza mniejsza dokładność, np. tylko do drugiego znaku po przecinku, może być rzeczą dogodną przyrządzenie skali cieczy o różnych ciężarach właściwych, np. 0,72 — 0,73 — 0,74 ... i t. d. Zapas takich mieszanin o znanym c. wł. pozwala na bardzo szybkie wykonywanie oznaczeń orientacyjnych. Gdy zaś badamy stale jeden produkt, którego c. wł. waha się mało, to skala może być krótsza i wymierzona w trzecim a nawet w czwartym znaku po przecinku.

Streszczenie.

Opracowano sposób oznaczania w skali mikro ciężarów właściwych bardzo małych ilości cieczy (około $0,1 \text{ cm}^3$), oparty na zjawisku podobnym do powstawania smug na skutek różnicy współczynników załamania światła cieczy. Ciecz badaną zabarwiamy znikomo małą ilością barwnika, nie wpływającą praktycznie na zwiększenie jej c. wł., następnie zapomocą pipetki z odciągniętym w bok włoskowatym końcem o możliwie małym otworze wprowadzamy do innej cieczy, która łatwo rozpuszcza badaną. Ciecz zabarwiona opuszcza się lub podnosi z różną szybkością, zależnie od różnicy ciężarów właściwych, albo też nie zmieniając poziomu, rozplywa się dookoła końca pipetki. Gdy do cieczy, stanowiącej środowisko, w którym wykonywamy próbę, np. technicznego benzolu, spirytusu, roztworu soli dodamy innej substancji lżejszej lub w razie potrzeby cięższej, to osiągniemy taki ciężar właściwy mieszaniny,

że zabarwiona kropla badanej substancji będzie utrzymywała się na jednym poziomie, nie tonąc i nie wypływając. Wtedy ciężar właściwy mieszaniny, który łatwo oznaczyć w zwykły sposób, będzie taki sam, jak ciężar właściwy cieczy badanej. Można również doprowadzić do ciężaru właściwego nieco większego, oraz do nieco mniejszego od c. wł. badanej substancji: gdy te wielkości będą bliskie, średnia między nimi da nam poszukiwaną wielkość dla próbki.

ZUSAMMENFASSUNG.

Es wurde eine Mikromethode zur Ermittlung von spezifischen Gewichten sehr kleiner Flüssigkeitsmengen (etwa $0,1 \text{ cm}^3$) ausgearbeitet. Das Prinzip dieser Methode erinnert an den bekannten Schliereneffekt, welcher hervorgerufen wird, wenn zwei Flüssigkeiten verschiedener Lichtbrechung und spezifischen Gewichts gemischt werden. Die untersuchte Flüssigkeit wird mit einer verschwindend kleinen Menge eines Farbstoffes, welche das spezifische Gewicht jener praktisch nicht beeinflusst, versetzt. Die so gefärbte Flüssigkeit wird nun mit einer besonders zu diese Zwecke hergestellten Pipette in eine andere Flüssigkeit, in welcher die untersuchte leicht löslich ist, hineingebracht. Die gefärbte Flüssigkeit sinkt oder steigt, in Abhängigkeit von ihrem spezifischen Gewicht, mit kleinerer oder grösserer Schnelligkeit, oder sie zerfließt ohne Höhenänderung um den Pipettenausfluss. Die Pipette wird aus einem Glasrohr hergestellt, und ihr Ende bis auf einen sehr kleinen Durchmesser ausgezogen und seitlich gebogen. Der Durchmesser des gebogenen Pipettenendes muss so klein gewählt werden, dass die untersuchte Flüssigkeit unter ihrem eigenen Druck in der Luft nicht ausfließen kann. Indem man zu Wasser, Solventnafta, Alkohol, Salzlösungen oder anderen Medien entsprechend schwerere (z. B. Chloroform) oder leichtere Substanzen (z. B. Aether) hinzufügt, erzielt man Mischungen, in welchen der untersuchte, gefärbte Flüssigkeitropfen ohne zu sinken oder zu steigen auf ein und derselben Höhe verbleiben wird. Dann gleicht natürlich das spezifische Gewicht demjenigen der untersuchten Flüssigkeit, und man kann weiter in gewöhnlicher Weise die Dichte der Mischung bestimmen. Es ist auch zulässig, eine Mischung mit einem etwas grösseren und eine zweite mit einem kleineren spezifischen Gewicht als das der untersuchten Flüssigkeit herzustellen; man kann dann im Falle sehr kleiner Abweichungen den Mittelwert der beiden spezifischen Gewichte als den gesuchten annehmen.

Najprostsza mikrobiureta wagowa

Une microbiurette très simple

M. STRUSZYŃSKI

Nadeszło 15 października 1935

W mikroanalizie można wykonywać mianowanie w dwojaki sposób: albo zapomocą roztworów rozcieńczonych np. 0,01 n, stosując biurety o pojemności do 10 cm^3 z podziałkami co $0,01 \div 0,05 \text{ cm}^3$, albo zapomocą roztworów bardziej stężonych, 0,1 ÷ 0,2 n, przy użyciu biuret o odpowiednio mniejszych wymiarach, np. od 5 do 100 mm^3 . Mianowanie roztworami bardzo rozcieńczonymi bywa niedogodne, gdyż w wielu przypadkach trudno ustalić koniec reakcji, a błąd mianowania by-

wa tem większy, im większa jest objętość odmianowanej cieczy; przytem roztwory bardziej rozcieńczone są naogół mniej trwałe. Natomiast podczas odmierzania małych objętości roztworów bardziej stężonych w o wiele większym procentowo stopniu zaznaczają się niektóre ze zwykłych błędów metody miareczkowej: błędy adhezji (tem większe im węższa jest biureta), błędy odczytania, wynikające z paralaksy, błędy powodowane zmianami temperatury, zanieczyszczeniami biure-

ty, nieprawidłowem jej wycechowaniem oraz błąd kropłowy, zależny od wymiarów ostatniej kropli, stanowiącej często zbyt duży nadmiar odczynnika.

W celu uniknięcia wpływu powyższych źródeł błędów Emich i Wermuth skonstruowali mikrobiuretę o pojemności 6 mm^3 w kształcie włoskowatej rurki kwarcowej, której wąziutki otwór pogrąża się do badanej cieczy; roztwór mianowany wytłacza się z tej rurki zapomocą śrubki i kropli rtęci. Objętość odlanego roztworu odmierza się zapomocą śruby mikrometrycznej. Biureta ta jest skomplikowana i niewygodna w użyciu. Na tej samej zasadzie oparte jest bardziej dogodne urządzenie mikrobiurety W. Düsinga¹⁾. Posiada ona pojemność 50 lub 100 mm^3 i pozwala odmierzać z dokładnością do $0,01$ lub $0,005 \text{ mm}^3$. Jako dowód tej dokładności autor przytacza wyniki mianowania ze ścisłością do $0,2 \gamma$ substancji; lecz w podanych przykładach ciecz badaną mierzy również zapomocą swojej biurety, co utrudnia zorientowanie się, czy wspomniane źródła błędów są całkowicie wyeliminowane. W każdym razie biurety te są kosztowne i ze względu na małą pojemność nadają się tylko do oznaczania bardzo małych ilości substancji.

Inny rodzaj postępowania spotykamy w mianowaniu wagowem, które różni się od zwykłego tem, że ilość użytego odczynnika oznacza się przez odważanie. Roztwory mianowane zawierają odpowiednie ilości odczynnika nie w litrze, a w kilogramie roztworu. Do mianowania używane są biurety wagowe różnych konstrukcyj. Stosując je, unikamy całkowicie wszelkich wpływów cechowania, temperatury, odczytywania i in. oprócz błędu kropłowego, (np. w biurecie Suchardy i Bobrańskiego kropla posiada objętość 5 mm^3). W analizie technicznej biurety wagowe nie znalazły zastosowania, mimo że odważanie użytej ilości odczynnika można wykonać z daleko większą dokładnością niż odmierzenie, a to ze względu na znacznie większą prostotę tej ostatniej czynności.

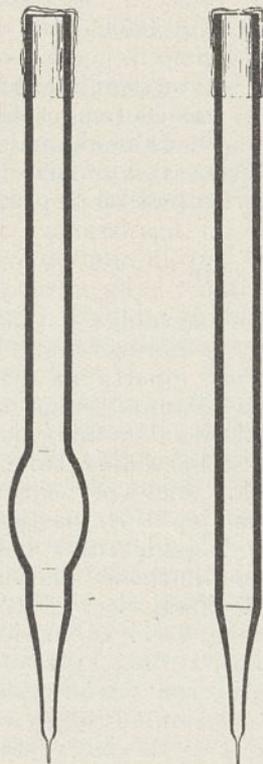
W mikroanalizie objętościowej, gdzie jak wspomniano, błąd odmierzenia jest procentowo znacznie większy niż w zwykłej, postępowanie wagowe może łatwo współzawodniczyć z objętościowem, tembardziej że współczesne wagi aperiodyczne pozwalają na bardzo szybkie ważenie.

Dążąc do otrzymania mikrobiurety wagowej, nie dającej błędu kropłowego, doszedłem do konstrukcji bodaj najprostszej, którą można sobie z łatwością zrobić. Oparłem się na tem założeniu, że jeżeli koniec zwykłej pipety, przyrządzonej z kawałka rurki szklanej, wyciągnąć w postaci włosa, to z rurki ustawionej pionowo w powietrzu odczynnik nie

wypłynie, ale spłynie prędzej lub wolniej, zależnie od wymiarów otworu, po zetknięciu z wodą lub badanym roztworem.

Przyrządzenie biurety jest bardzo proste i łatwe. Z rurki o przekroju wewnętrznym 4 mm sporządzamy pipetkę długości około 10 cm , zważając ją do średnicy $1,5 \div 2 \text{ mm}$. Odciągnięty koniec w odległości około 2 cm

od początku zwężenia ogrzewamy nad płomykiem „oszczędnościowym” i szybko wyciągamy w bardzo cienką rurkę włoskowatą. Po rozerwaniu, zbyt cienką i giętą część rurki odłamujemy, tak że pozostaje koniec długości około $4 \div 5 \text{ mm}$, grubości w miejscu złamania około $0,17 \text{ mm}$, z otworkiem o średnicy około $0,12 \text{ mm}$ (podane wymiary są przybliżone). Pojemność użyteczna takiej biurety wynosi około $0,4 \div 0,5 \text{ cm}^3$. Do analizy centygramowej, gdzie potrzebna bywa większa ilość odczynnika, sporządzamy pipetkę z rozszerzeniem kulistym w odległości kilku milimetrów od zwężonej części, a następnie od-



ciągamy koniec, jak podano wyżej (pojemność rurki wyniesie wtedy 1 cm^3 lub więcej). Górny koniec tak przyrządzonej biurety należy szczelnie owinać kawałkiem parokrotnie złożonej cynfolji, co w znacznej mierze zapobiega stratom na skutek parowania cieczy w biuretce.

W celu stwierdzenia przydatności tego rodzaju mikrobiurety do mianowania należało ustalić: 1-o czy jest ona dostatecznie dogodna i pewna w użyciu, 2-o jakie są straty na skutek parowania odczynnika w czasie wykonywania mianowania, tudzież jakiego rodzaju i jakiego szeregu wielkości są inne błędy (nieuniknione w każdym przyrządzie pomiarowym) — a więc jaką dokładność można osiągnąć podczas mianowania.

Postępowanie jest równie proste i łatwe, jak przyrządzanie biurety: po wessaniu odczynnika, wytarcia i zawinięciu górnego końca w cynfolję, odważa się biuretkę z dokładnością do $0,1 \text{ mg}$ i ostrym wylotem jej dotyka się powierzchni badanej cieczy. Im większa jest zawartość oznaczanej substancji, tem

¹⁾ Chem. Fabrik 1935. 313.

dłużej należy pogrążyć wylot biurety. Odczynnik sływa powoli, gdy więc mamy użyć do badania nieco większych ilości odczynnika, stosujemy wtedy biuretę o nieco szerszym otworze (takim jednak, aby przy pionowej pozycji biurety odczynnik nie wypływał w powietrzu). Badaną ciecz skłóca się lub miesza zatopionym włoskiem szklanym. Pod koniec mianowania należy badanej cieczy dotykać tylko na bardzo krótką chwilę wylotem biurety. Dyfuzja badanego roztworu do odczynnika w biurecie nie zachodzi.

Po ukończeniu mianowania należy wytrzeć mokry koniec i odważyć biuretkę. Wycieranie tak cienkiego końca wymaga ostrożności i pewnej wprawy, aby go nie złamać i aby podczas wycierania nie stracić nieco odczynnika przez dotknięcie otworu. Dlatego też jest rzeczą konieczną przed przystąpieniem do mianowania wytrzeć koniec i sprawdzić, czy ciężar biurety nie zmienił się (powtórzyć czynność tę kilkakrotnie). Do wycierania należy stosować mały kawałek irchy, w braku jej lepiej jest wytrzeć suchymi palcami niż bibułą, do której wsiąka zwykle nieco odczynnika. Przy pewnej wprawie ciężar biurety nie ulega żadnej zmianie, nieostrożne zaś wycieranie może prowadzić do straty $0,1 \div 0,3 \text{ mg}$.

Trzymanie biurety suchymi palcami nie wpływa na jej ciężar, kto zaś ma palce wilgotne może brać ją przez bibułę.

Ciężar biurety zmienia się na skutek parowania odczynnika, wielkość tych strat nie wpływa jednak na wyniki mianowania, gdyż w biurecie, której górny koniec owinięto staniolem, strata ciężaru w temperaturze pokojowej wynosi około $0,2 \text{ mg}$ na godzinę, w biurecie z kulką około $0,4 \text{ mg}$ na godzinę (powierzchnia cieczy w rozszerzonej części biurety jest większa, niż w rurce).

Wobec tego, że biurety, pogrążane do cieczy mianowanej, nie dają błędów kropłowego, sprawdzono jaką ilością odczynnika daje się zakończyć mianowanie. Po wprowadzeniu biurety na ułamek sekundy do badanego roztworu i po ostrożnym wytarciu zwilżonego końca biurety, strata ciężaru wynosi zwykle około $0,1 \text{ mg}$.

Uwzględniając więc wszystkie powyższe źródła błędów oraz dokładność ważenia, widzimy, że mianowanie może być łatwo wykonane z dokładnością do $0,1 \div 0,2 \text{ mg}$. Wobec tego, jeżeli dobierzemy odpowiednie stężenie odczynnika, takie aby na mianowanie wyszło go nie mniej niż $0,1 \div 0,2 \text{ g}$, błąd odmierzenia nie przekroczy $0,1\%$ lub będzie nawet mniejszy w przypadku użycia większych ilości odczynnika.

Opisana biureta może również służyć, jako bardzo dogodna pipeta do wykonywania reakcyj kropłowych; częściej stosowane odczynniki mogą być w niej przechowywane dość długi czas.

Streszczenie.

Zaproponowano nowy, najprostszy i najtańszy typ mikrobiurety wagowej. Można ją z długością przyrządzić samemu z pipetki długości około 10 cm i średnicy wewnętrznej 4 mm przez odciągnięcie zwężonego końca do przekroju około $0,12 \text{ mm}$. Przez taki wąski otwór ciecz, wypełniająca biuretę, nie wypływa w pozycji pionowej w powietrzu. W celu zwiększenia pojemności można rurkę rozszerzyć w postaci kulki w odległości około 5 mm od początku zwężenia. Drugi koniec biurety owija się cynfolją celem zmniejszenia strat przez parowanie odczynnika. Biuretę waży się z odczynnikiem; mianując, wylotem jej dotyka się powierzchni badanej cieczy; pod koniec mianowania dotknięcie winno trwać krótką tylko chwilę. Następnie ostrożnie wyciera się irchą wylot biurety i waży (po uprzednim kilkakrotnym sprawdzeniu, że wytarcie daje się wykonać bez strat). Błąd związany z odmierzeniem odczynnika zapomocą powyższej biurety może nie przekraczać $0,1 \div 0,2 \text{ mg}$, co wywiera wpływ na dokładność mianowania w wysokości najwyższej około $0,1\%$.

Opisana biureta nadaje się jako pipetka do wykonywania reakcyj kropłowych; częściej stosowane odczynniki można w niej nawet pewien czas przechowywać.

ZUSAMMENFASSUNG.

Es wird eine neue, sehr einfache und billige Mikrobiurette vorgeschlagen. Man kann sie auf einfache Weise selbst aus einer Pipette von 10 cm Länge und 4 mm Durchmesser herstellen, indem man das untere, zugespitzte Ende bis zu einer lichten Weite von rund $0,12 \text{ mm}$ kapillar auszieht. Wird diese Burette, mit einer Titrierflüssigkeit gefüllt, lotrecht in der Luft gehalten, so fließt durch das kapillare Ende nichts hinaus. Zwecks Vergrößerung des Volumens kann man in einem Abstand von 5 mm vom Anfang der Einengung des Burettenausflusses das Rohr kugelförmig erweitern. Das obere Ende der Burette schliesst man zweckmässig mit Staniol, um das teilweise Abdampfen der Titrierflüssigkeit zu verhindern. Die Burette wird mit der Titrierflüssigkeit gewogen. Beim Titrieren berührt man mit der Ausflussöffnung die untersuchte Flüssigkeit; unmittelbar vor dem Titrierendpunkt darf die Ausflussöffnung nur für sehr kurze Zeitabschnitte mit der titrierten Flüssigkeit in Berührung kommen. Der Burettenausfluss wird nun vorsichtig mit einem Lappen von sämisch Leder getrocknet und die Burette abgewogen. Der gesamte Fehler bei allen Handhabungen kann auf $0,1$ bis $0,2 \text{ mg}$ herabgedrückt werden, was ein Titrieren mit der Genauigkeit von $0,1\%$ erlaubt.

Die beschriebene Burette kann mit gutem Erfolg ebenfalls zu Tüpfelreaktionen verwendet werden. Öfters benutzte Reagenzien kann man in ihr längere Zeit aufbewahren.

Z badań nad przeróbką langbeinitu II.

O nowym sposobie otrzymywania siarczanu potasu z langbeinitu¹⁾

Recherches sur l'utilisation de la langbeinite. II.

Sur une nouvelle méthode d'obtenir le sulfate de potassium a partir de la langbeinite

Dr. Inż. Donat LÄNGAUER

Zakład Technologii Przemysłu Solnego Politechniki Lwowskiej

Nadesłano 25 października 1935

1) Wstęp:

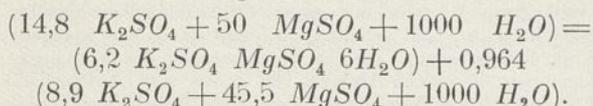
Mała prędkość rozpuszczania langbeinitu naturalnego stwarza wielkie trudności przy procesie jego przeróbki według schematu:

1) rozpuszczanie langbeinitu w ługach macierzystych,

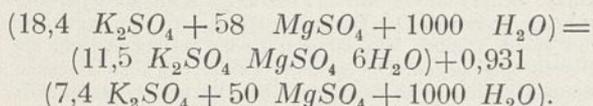
2) krystalizacja kalimagnezji z ługów gorących,

3) rozkład kalimagnezji na siarczan potasu.

Z powodu małej prędkości rozpuszczania langbeinitu musi się z zasady pracować ługami nienasyconymi: Wobec tego ilość kalimagnezji w jednostce objętości ługu gorącego jest mała. W poprzedniej swej pracy wykazałem, że n. p. w 80° przy przemieszaniu 0,5 mm do ługu rozpuszczalnego przechodzi po 1 godz 58%, a po 2 godz tylko 62% ilości langbeinitu potrzebnej do nasycenia²⁾. Stężenie ługów, odpowiadające tej ilości rozpuszczonego langbeinitu, wynosi średnio 14,8 mol K_2SO_4 — 50 mol $MgSO_4$ w 1000 mol wody. Skład ten odpowiada w wielkim przybliżeniu składowi ługów, osiągniętemu w próbach półtechnicznych przeróbki langbeinitu, przeprowadzonych w ostatnich dwóch latach przez p. inż. Sikorę w Kopalni Soli Potasowych w Stebniku. Ilość kalimagnezji, wydzielanej przy schłodzeniu tego ługu do 25° oblicza się według równania:



Na 1 t ługu wydziela się 94 kg kalimagnezji. W wypadku całkowitego rozpuszczenia się langbeinitu, nasycenie wzrosłoby o 40%. Proces krystalizacji odbywałby się według równania:



Na 1 t ługu wydziela się wtenczas 164 kg kalimagnezji. Jeśli tylko 60% langbeinitu

przejdzie do roztworu, to po uwzględnieniu dodawanych ilości wody i ługu otrzymanego po rozkładzie kalimagnezji na siarczan potasu wynika, że na 1 t siarczanu potasu przypada 38 m³ ługu krążącego. Odnośnego rachunku tu nie przytaczam. Liczba ta ustalona zatem na podstawie oznaczenia prędkości rozpuszczania langbeinitu zgadza się bardzo dobrze z liczbami osiągniętymi podczas prób półtechnicznych.

W wypadku całkowitego rozpuszczania langbeinitu na 1 t siarczanu potasu przypadnie tylko 19,4 m³ ługów³⁾. Także prędkość rozkładu langbeinitu na kalimagnezję według metody proponowanej przez prof. Kuczyńskiego jest bardzo mała⁴⁾.

Ten stan rzeczy zmusza do zastanowienia się czy wymiana langbeinitu z chlorkiem potasu na kalimagnezję nie odbywałaby się prędzej. Jednak prędkość i tej przemiany jest mała. Sposób ten był proponowany zarówno do langbeinitu naturalnego, jak i do langbeinitu sztucznego⁵⁾. Szybkość przemiany chlorku potasu z langbeinitem sztucznym jest przypuszczalnie o wiele większa, niż z langbeinitem naturalnym. Najpierw dlatego, że langbeinit sztuczny jest nadzwyczaj drobny, powtóre dlatego, że minerały naturalne zawsze powolniej się rozpuszczają niż otrzymane sztucznie⁶⁾. Że langbeinit sztucznie otrzymany także i z ługów niezawierających chloru posiada bardzo drobną strukturę stwierdziły doświadczenia przeprowadzone w Stebniku w r. 1935, nad odparowaniem ługów po wykrystalizowaniu kalimagnezji. Natomiast przemiana langbeinitu z chlorkiem potasu nie na kalimagnezję, a wprost na siarczan potasu przebiega prędko, głównie z tego powodu, że używać można do tej przemiany nie stałego langbeinitu, lecz roztworów langbeinitu w wodzie. Langbeinit zaś w czystej wodzie rozpuszcza się stosunkowo szybko, jak to stwierdziłem w pracy swej wyżej przytoczonej.

³⁾ Längauer. Przegląd Górniczo-Hutniczy 27, 16, (1935).

⁴⁾ Kuczyński. Przemysł Chem. 18, 458, (1934).

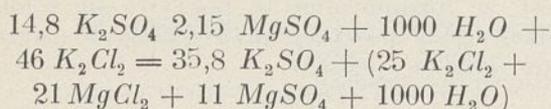
⁵⁾ Kubiersky. Deutsche Kali Industrie 83, (1907). Stange Illustriertes Jahrbuch d. Kali Industrie 117, (1910).

⁶⁾ D'Ans, Kali 9, 148, (1915).

¹⁾ Pat. pol. 21725 zgł. 24. VI. 34. przez Spółkę Akcyjną Eksploatacji Soli Potasowych; udz. 1935.

²⁾ Längauer. Przemysł Chem. 18, 464, (1934).

przy wymianie ługów langbeinitowych z chlorkiem potasu, według równania:



Na 1000 mol wody przypada 14,8 mol langbeinitu.

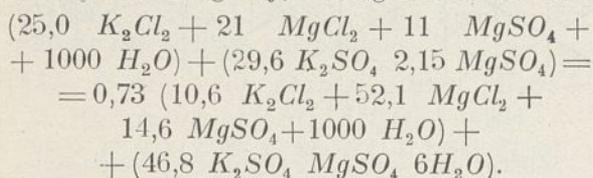
Rozpuszczalność langbeinitu podaje następująca tablica 1.

Tablica 1.

Temperatura	mol/1000 mol H ₂ O
15°	13,5
30°	14,5
50°	17,5
66°	19,5
75°	20,5

Porównując te liczby z ilością langbeinitu potrzebną do reakcji przemiany, widzimy, że rozpuszczając langbeinit w temperaturze powyżej 30° otrzymamy roztwór nienasycony. Prędkość rozpuszczania langbeinitu w 60° wynosi 88% ilości potrzebnej do nasycenia po godz. Prędkość rozpuszczania langbeinitu w nadmiarze wody będzie zapewne większa. Operując roztworami nienasyconymi, których prędkość powstawania jest wielka, usuwa się tę złą stronę langbeinitu, jaką jest jego mała prędkość rozpuszczania. Lecz teoretyczna wydajność procesu otrzymywania siarczanu potasu z rozcieńczonych ługów langbeinitowych jest mała. Wynosi ona: $35,8 \cdot 100 : (14,8 + 46) = 59\%$. Ługi po wymianie zawierają do 180 g/l KCl i powinny być dalej przerabiane, by odzyskać zawarty w nich potas.

Próbowano ługami temi zamieniać langbeinit na kalimagnezję według równania w 25°:



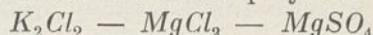
Lecz reakcja ta ma przebieg bardzo powolny i w miarę wzrostu chlorku magnezu prędkość jej coraz to więcej malała. Odpowiada to wywodom poprzednim o małej prędkości przemiany langbeinitu z chlorkiem potasu na kalimagnezję¹⁰⁾. Jediną drogą

¹⁰⁾ Prędkość przemiany oddają następujące liczby w zmianach składu ługu:

temp. 25°	4 godz	8 godz	48 godz
KCl	17,7	16,2	11,7
MgCl ₂	29,4	32	41,5
MgSO ₄	10,9	10,2	12,7

dla odzyskania potasu pozostaje odparowanie ługu *m*; w wyższych temperaturach krystalizat zawierałby langbeinit i chlorek potasu. Odparowanie ługu n. p. w *t* 105° doprowadza najpierw do nasycenia langbeinitem, chlorkiem potasu i kizerytem (roztwór *r*), przy dalszym odparowaniu do nasycenia chlorkiem potasu, kizerytem i karnalitem (roztwór *q*)

skład roztworów przy 105°



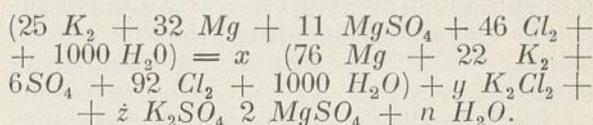
<i>r</i> :	17	78	6
<i>q</i> :	11	94	2

Liczby te uzyskano przez interpolację politermy układu z dzieła D'Ansa.

Roztwory *r*₁₀₅ i *q*₁₀₅ po ochłodzeniu wydzielać będą karnalit. Ponieważ chodzi o możliwie prostszy schemat odzyskania chlorku potasu, więc nie można uwzględniać tu możliwości przeróbki sztucznego karnalitu na chlorek potasu. Należy proces odparowania i następnego schłodzenia prowadzić tak, aby po schłodzeniu wydzielał się czysty chlorek potasu. Stężenie chlorku magnezu, poniżej którego jeszcze karnalit nie tworzy się, wynosi 72,4 mol MgCl₂ i odpowiada nasyceniu karnalitu, chlorku potasu i kainitu (roztwór *q*). Należy prowadzić proces odparowania do stężenia chlorku magnezu poniżej 72,4, n. p. 70 mol. Taki roztwór po schłodzeniu wydzieli jedynie czysty chlorek potasu.

Skład roztworu zawierającego 70 mol MgCl₂ i leżącego na drodze krystalizacji *m-r* znajduje się, stosując metodę rzutów równoległych na płaszczyznę K₂ — Mg. W tym celu wykreśla się rzut całej drogi *m-r* i znajduje się najpierw stężenie SO₄, które wynosi 6 mol: Mając stężenie Mg i SO₄ znajduje się stężenie K₂, które wynosi 22 mol (rycina 2).

Ilości wody odparowanej i krystalizatu obliczamy z równania:



$$K_2 : 25 = 22x + y + z \quad x = 0,343$$

$$Mg : 32 = 76x + 2z \quad y = 14,5$$

$$SO_4 : 11 = 6x + 3z \quad z = 2,98$$

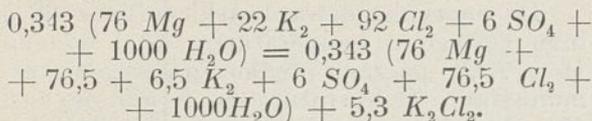
$$n = 657$$

Roztwór (70 Mg, 22 K₂, 92 Cl₂, 6 SO₄, 1000 H₂O) po schłodzeniu nie daje roztworu *q* (nasycenie: kainit, karnalit, chlorek potasu), lecz jedynie roztwór nasycony chlorkiem potasu. Leżeć on będzie poniżej linii *q-e* w polu nasycenia chlorkiem potasu. Skład tego roztworu odpowiada punktowi, który otrzymuje się z przecięcia się prostej przechodzącej przez punkt *Z*, a równoległej

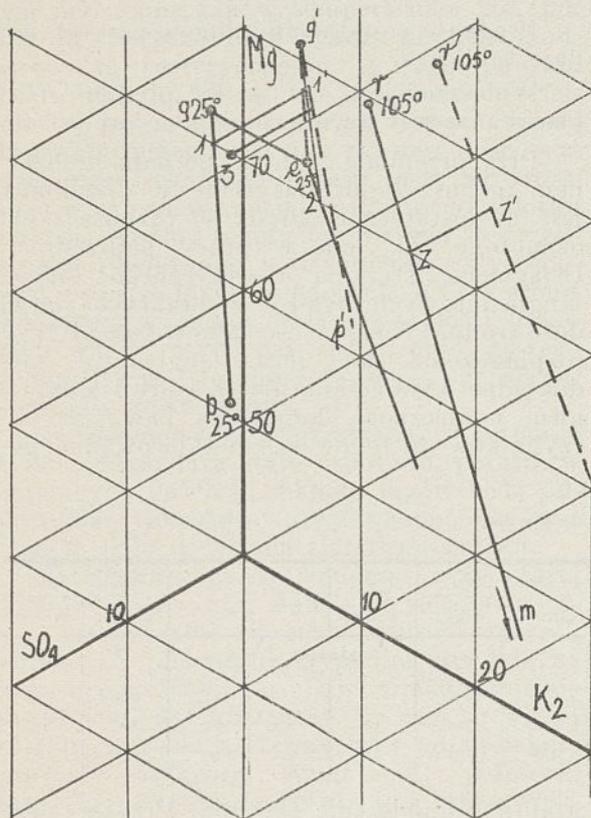
do osi K_2 , z płaszczyzną nasycenia chlorkiem potasu w 25°.

Konstrukcję graficzną metodą rzutu równoległego daje rycina 2.

Krystalizacja chlorku potasu odbywa się według równania:

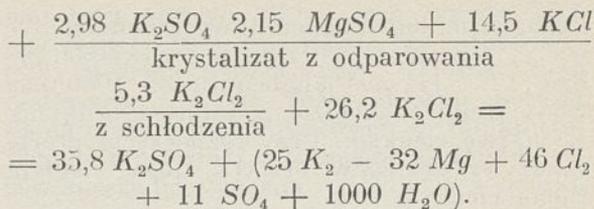
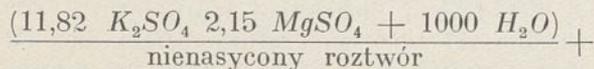


Ilość gramodrobin KCl wydzielonego na 1000 mol wody znajduje się wprost mierząc długość odcinka $Z - 3$ na rycinie 2¹¹⁾.



Rycina 2.

Langbeinit wydzielony podczas procesu odparowania i chlorek potasu wydzielony podczas odparowania i schłodzenia mają być użyte z powrotem do procesu wymiany. Podczas tych procesów wydzielilo się 2,98 mol langbeinitu i 19,8 mol chlorku potasu. O tę ilość ma być zmniejszona doprowadzana ilość wyjściowego chlorku potasu i langbeinitu. Cały proces wymiany oddawałby następujący schemat:



Przy obliczaniu wydajności musi się, uwzględnić tylko potas doprowadzony w postaci langbeinitu, zawartego w roztworze nienasyconym, oraz KCl doprowadzony z zewnątrz procesu.

Wydajność wyniesie $35,8 \cdot 100 : (11,8 + 26,2) = 94,2\%$.

Wydajność procesu spadnie, jeśli proces odparowania prowadzić do osiągnięcia nasycenia karnalitem, kizerytem i chlorkiem potasu, przy założeniu, że wydzielonego karnalitu nie przerabia się. Proces odparowania odbywałby się według równania: $(25 K_2 + 32 Mg + 11 SO_4 + 46 Cl_2 + 1000 H_2O) = 0,261 (11 K_2 + 96 Mg + 2 SO_2 + 105 Cl_2) + 18,6 K_2Cl_2 + 3,5 K_2SO_4 + 2 MgSO_4 + 739 H_2O$.

Proces wymiany odbywałby się według równania: $(11,3 K_2SO_4 + 2,15 MgSO_4 + 1000 H_2O) + 18,6 K_2Cl_2 + 3,5 K_2SO_4 + 2 MgSO_4 =$

$$\frac{\text{krystalizat z odparowania}}{\text{krystalizat z odparowania}} + 27,4 K_2Cl_2 = 35,8 K_2SO_4 + (21 K_2 + 32 Mg + 11 SO_4 + 46 Cl_2 + 1000 H_2O)$$

Wydajność $35,8 \cdot 100 : (11,3 + 18,6) = 92,5\%$. Odparowanie do powyższego stężenia chlorku magnezu wymaga większego wydatku ciepła, albowiem ilość wody odparowanej jest o 12,5% większa. Oddzielenie krystalizatu od ługu musi odbywać się możliwie prędzej, by nie wydzielał się karnalit, przeszkadzając temu będzie znaczna lepkość ługów. Zawartość chlorku magnezu w krystalizacie przesuwac się będzie reakcją podczas wymiany na stronę lewą tak, że może tworzyć się kalimagnezja.

To wszystko przemawia przeciwko odparowaniu, aż do nasycenia się karnalitem. Ostatecznie schemat otrzymywania siarczanu potasu przedstawiałby się jak następuje:

- 1) rozpuszczanie langbeinitu,
- 2) wymiana ługów rozcieńczonych langbeinitowych z chlorkiem potasu i krystalizatem, po odparowaniu i schłodzeniu,
- 3) odparowanie ługów po wymianie,
- 4) chłodzenie ługów po odparowaniu.

Na podstawie powyższych rozważań wynika, że na początku procesu mieć będziemy dla wymiany ług langbeinitowy o teoretycznym składzie 14,8 mol langbeinitu na 1000 mol wody. Ługi zbliżone swym składem do do powyższego nazywać się będą gęstami. W wypadku doprowadzenia do wymiany krystalizatu, zawierającego siarczan potasu

¹¹⁾ D'Ans l. c. Kali 1935.

i magnezu, ług langbeinitowy powinien być więcej rozcieńczony. Taki ług zawierać będzie 12—11 *mol* langbeinitu na 1000 *mol* wody. Ługi o składzie podobnym będą nosić nazwę cienkich. Przy rozpoczęciu procesu używa się ługów gęstych, przy ciągłym ruchu cienkich.

4) Otrzymywanie ługów gęstych:

Należy najpierw zbadać warunki powstania ługów gęstych. Na podstawie tablicy 1 widzimy, że ług gęsty powstaje jako nienasycony roztwór powyżej 30°. Prędkość wymiany kalimagnezji z chlorkiem potasu jest dostateczna już w 45°, więc tę temperaturę możnaby było obrać dla rozpuszczania langbeinitu, aby do ługu gęstego w tej temperaturze dodawać chlorku potasu. Lecz z drugiej strony podwyższenie temperatury rozpuszczania zwiększy prędkość. Należy jednak uwzględnić to, że maksimum tej prędkości przy langbeinitcie leży przy 60°. Wypada zatem zbadać szybkość rozpuszczania w 45° i 60°. Za ostatnią temperaturą przemawiać będzie okoliczność, że efekt cieplny wymiany będzie ujemny. Ujemny będzie on z dwóch przyczyn:

1) obniżenie temperatury na skutek wprowadzenia chlorku potasu o niższej temperaturze,

2) obniżenie na skutek reakcji wymiany.

TABLICA 2.

w jednej tonnie wody rozpuszcza się 358 kg langbeinitu, według równania: $14,9 K_2SO_4 + 2,15 MgSO_4 + 1000 H_2O = L$ temperatura 60°,

Czas w min	Lp.	%	skład ługu		Czas w min	Lp.	%	skład ługu		Czas w min	Lp.	%	skład ługu:	
			langb.	wody				langb.	wody				langb.	wody
ziarno 0,5 mm			ziarno 1 mm			ziarno 2 mm								
15	1.	90	234	766	15	4.	56,5	170	830	15	7.	56	168	832
30	2.	93	242	758	30	5.	73,6	210	790	30	8.	69	200	800
60	3.	95	246	754	60	6.	87,	238	762	60	9.	80	236	765

temperatura 45°

Czas w min	Lp.	%	skład ługu	
			langb.	wody
ziarno 0,5 mm				
30	10.	75	219	788
60	11.	90	234	766

Oprócz tych dwóch przyczyn temperatura ługów langbeinitowych obniżać się będzie także na skutek strat cieplnych podczas procesu klarowania.

Obniżenie temperatury ługu langbeinitowego na skutek dodania chlorku potasu nie będzie wielkie. Ustalamy je rachunkowo: dodaje się 260 g *KCl* na 1000 g ługu, c. wł. *KCl* 0,1694, c. wł. ługu gęstego 0,757 (obliczone na podstawie składu¹²⁾) temperatura ługu 60°, *KCl* 20°.

$$(t - 20) 0,1659 \cdot 260 = (60 - t) 0,757 \cdot 1000;$$

$$t = 57,8^\circ.$$

By stwierdzić w przybliżeniu, jakie jest obniżenie temperatury przy wymianie, wykonano doświadczenie następujące:

Do naczynka dewardowskiego dano 62 g ługu gęstego o temperaturze 56° i dodano 16 g *KCl*, poczem prędko zamieszano termometrem. Temperatura po 5 *min* wynosi 44°. Gdyby temperatura ługów langbeinitowych wynosiła 45°, to na skutek przyczyn powyższych spadłaby ona znacznie poniżej i wymiana odbywałaby się znacznie wolniej, bo przy niższej temperaturze.

Prędkość powstawania ługów gęstych podaje tablica 2.

Widoczne jest, że w 45° prędkość rozpuszczania jest o wiele mniejsza, niż w 60°.

Przy przemiale grubym, po jedno-godzinnym rozpuszczaniu, nasycenie do przemiany jest niedostateczne. Prędkość rozpuszczania oznaczono tak, jak w pracy poprzedniej. Osiągnięcie stężenia teoretycznego ługów langbeinitowych byłoby w praktyce rzeczą dość trudną. Niemożność całkowitego (100%) rozpuszczenia całej ilości langbeinitu, niedokładne wymierzanie ilości wody i langbeinitu, konieczność dodawania pewnych odczynników do ługów celem sklarowania, po-

woduje zmniejszenie stężenia. Przyjąć ogólnie można 92% nasycenia.

5) Przemiana ługu gęstego z chlorkiem potasu:

Najpierw zbadano prędkość przemiany ługu gęstego z chlorkiem potasu.

Miarą prędkości będzie wzrost zawartości chloru w ługu. Po zadaniu ługu chlorkiem potasu brano co pewien czas próbkę ługu, w której oznaczono chlor. Wyniki pomiarów podaje tablica 3.

W temperaturze 25° reakcja dobiega do końca po 90 *min*, w 45° po 45 *min*. Jasne wobec tego jest, że wymianę należy prowadzić w 45°. Ług o pierwotnej temperaturze 60° właśnie do tej temperatury oziębi się, na skutek przyczyn, o których była już mowa. Lecz aby otrzymać lepszą wydajność należy ługi schłodzić od 45° do 25°. Zbadano sa-

¹²⁾ Kali Kalender str. 87—1931.

TABLICA 3.

Czas w min	25°	45°
	280 g KCl na 1 kg ługu	270 g KCl na 1 kg ługu
	zawartość Cl w %	
15	12,22	11,80
30	12,48	12,30
45	12,54	12,39
90	12,72	12,42
120	12,70	12,43

ilość obrotów mieszadła 150/min

mą przemianę tak w temperaturze 25°, jak i w 45°. Stężenie ługu gęstego nie będzie odpowiadać teoretycznemu, z tego powodu i ilość chlorku potasu nie odpowiada równaniu tej przemiany i może się wahać. Składy ługów po przemianie, jak również ilości wydzielonego siarczanu potasu będą się zmieniać w zależności od ilości dodanego chlorku potasu. Według reguły faz roztwór *m* przedstawia równowagę jednozmienną (występować będą 3 fazy), z których *KCl* i szenit w naszym wypadku mają być w ilości znikomej. O ile wychodzi się z ługu gęstego o mniejszym stężeniu, to mogą zajść następujące równowagi:

1) Równowaga trójzmienna, występuje tylko jedna faza stała—siarczan potasu w zmiennych ilościach. Składy ługów będą odpowiadać punktom znajdującym się wewnątrz pola nasycenia siarczanu potasu.

2) Równowaga dwuzmienna, przy której występują dwie fazy stałe, albo siarczan potasu — szenit, albo siarczan potasu — chlorek potasu. W pierwszym wypadku ługi leżą na linii *mg*, w drugim na linii *mj*. Zbliżenie się do linii *mj* jest korzystne, bo ługi są więcej stężone i proces następny przy odparowaniu prowadzi się krócej. Wydajność z jednostki masy ługu siarczanu potasu jest także większa. Zbliżenie się do tej linii możliwe jest przy dodawaniu większych ilości chlorku potasu, lecz należy unikać nadmiaru, aby obok siarczanu potasu nie pozostał chlorek potasu.

Doświadczenia wykonano następująco:

Z chemicznie czystych siarczanów magnezu i potasu zeszyntezowano dokładnie 1/100

mol ługu gęstego. Skład jego wynosi 13,5 *mol* K_2SO_4 i 29,0 *mol* $MgSO_4$, co odpowiada 92% stężenia teoretycznego. Do tego ługu dodawano zmienne ilości chlorku potasu. Samą reakcję przeprowadzono w zamkniętej flaszce, zanurzonej w termostacie. Ilość obrotów mieszadła wynosiła 150/min. W wypadku prowadzenia reakcji w 45° po 45 min mieszanina flaszkę wyjmowano i zanurzano do wody o temperaturze 20°. Mieszano w ciągu 1/2 godz termometrem tak, żeby temperatura spadła do 25°. Po wzięciu próbki roztworu odsączono najdokładniej siarczan, potasu i przemyto małą ilością wody zimnej (5—11 g). Następnie suszono i ważono. Na podstawie otrzymanych liczb ułożono tablice 4 i 5 ze składami ługów.

Wydajność według składu ługów obliczano następująco (l. p. 14.) Zawartość *mol* $MgCl_2 + K_2Cl_2$ w ługu po przemianie wynosi n. p. 24,6 + 18,4=43, tyle moli stałego *KCl* dodano, pozatem w ługu gęstym było 13,5 *mol* K_2 , razem K_2 było 43+13,5=56,5 *mol*, w ługu po przemianie zostało 24,6 *mol* K_2 zatem powinno się wytrącić 56,5 — 24,6=31,9 *mol* K_2 , wydajność wyniesie 31,9 · 100 : 56,5=56,5.

TABLICA 4.

L. p.	kg KCl na 1 t ługu langb.	kg KCl na 1 t K_2SO_4	kg K_2SO_4 na 1 t ługu po przemianie	kg $MgSO_4$ na 1 t ługu po przemianie	t ługu na 1 t K_2SO_4	wydajność według składu ługu	prakt. wydaj. w % teoretyczn.
12.	256	1155	220	4	4,55	56,5	95,5
13.	264	1150	224	3,8	4,46	57,0	92,0
14.	268	1155	226	3,8	4,42	56,5	94,5
15.	282	1150	230	—	4,35	57,0	94,8
16.	244	1155	212	25	4,72	56,5	95,0
17.	266	1155	225	9	4,46	56,5	95,5
18.	276	1155	230	—	4,35	56,5	96,0
19.	286	1156	235	—	4,25	56,5	95,0

Doświadczenia 12 — 15 przeprowadzono w ciągu 2 godz w 25°. Doświadczenia 16 — 19 w 45° w ciągu 45 min u następnie schłodzono do 25° w ciągu pół godziny.

Z tablic 4 i 5 wyciągamy następujące wnioski:

Wydajność przemiany nie zależy od ilości chlorku potasu dodawanego do ługu gę-

TABLICA 5.

	25°								45°			
	12	13	14	15	16	17	18	19	16a	17a	18a	19a
K_2Cl_2	23,8	24,0	24,6	25,2	22,8	24,3	25,0	25,8	26,5	27,1	28,0	29,7
$MgCl_2$	17,4	18,2	18,4	19,8	16,3	18,2	19,1	20,0	12,5	15,3	16,1	16,1
$MgSO_4$	10,7	10,1	9,8	9,2	12,2	10,8	9,8	9,1	16,4	13,9	12,8	13,0
Na_2Cl_2	0,6	0,7	0,7	0,8	1,0	1,1	1,1	1,2	1,0	1,1	1,1	1,2

stego; wynosi ona średnio 56%, — zmienia się tylko ilość wydzielonego siarczanu potasu od 212 do 235 kg K_2SO_4 na 1 tonnę ługu. W wypadku dodawania mniejszych ilości KCl do ługu gęstego wydzielają się pewne ilości kalimagnezji. Przemiana prowadzona w 45° wykazuje wydajność naturalnie niższą, niż w 25°, bo średnio 50,5%. Po schłodzeniu wzrasta ona do 56,5. Około 13% całej ilości siarczanu potasu wydziela się na skutek oziębienia. Większych przesyceń na skutek oziębienia nie zauważono. Składy ługów po schłodzeniu są prawie takie same, jak przy przemianie prowadzonej w 25°.

6) Proces odparowania:

Proces odparowania można prowadzić albo pod normalnym, albo pod zmniejszonym ciśnieniem. W obydwu wypadkach temperatura wrzenia będzie wzrastać, w miarę wzrostu stężenia chlorku magnezu. W temperaturach wrzenia, która zaczyna się w 106°, wydzielac się powinien chlorek potasu i langbeinit, w myśl równań wyżej przytoczonych. Poniżej zaś 85°, więc pod zmniejszonym ciśnieniem, także i kainit. Skład ługów podczas odparowania przesuwac się będzie wzdłuż dróg krystalizacji. Lecz podczas odparowania zachodzić będzie szereg procesów natury kinetycznej, zależnych od prędkości powstawania zarodków i prędkości krystalizacji. W związku z tem powstaną mniej, lub więcej posunięte stany przesyceń. Procesy te sprawiają, że przebieg drogi krystalizacji dynamicznej może nie być identyczny z drogą, jaka wynika z równowag statycznych. Ogólnie rzecz biorąc, pod względem zachowania się podczas odparowania wszystkie sole dadzą się podzielić na termofilne, które wydzielają się w temperaturach wyższych i kryofilne, które wydzielają się w niższych. Rozpuszczalność soli termofilnych nie zmienia się, lub obniża się ze wzrostem temperatury. Langbeinit będzie solą wybitnie termofilną, kainit średnio termofilną¹³⁾. Pod względem praktycznym ważny będzie chemiczny skład brutto krystalizatu wydzielonego podczas procesu odparowania. Określenie masy poszczególnych faz, byłoby zbyt uciążliwe i pod względem praktycznym pewnych rezultatów by nie dało. Skład krystalizatu po oddzieleniu go od ługu zależeć będzie od:

- 1) zjawisk przesyceń podczas procesu odparowania,
- 2) składu ługu przyczepnego,
- 3) od zjawisk przemiany poprzednio wydzielonych faz, głównie ich hydratacji,
- 4) od wydzielania nowych mas faz sta-

łych, na skutek obniżenia temperatury w ługu najpierw odsączanym, a później przyczepnym.

Ze zjawisk przesyceń może zachodzić zastąpienie langbeinitu kainitem, oraz zastąpienie langbeinitu leonitem, zwłaszcza przy małym początkowo stężeniu chlorku magnezu w ługach. Ze składu ługu po odparowaniu można ogólnie sądzić jak te zjawiska przesyceń poszły. Ług odparowywany będzie dość lepki, więc i ilość ługu przyczepnego będzie znaczna. Wobec tego krystalizat będzie wykazywał znaczną zawartość chlorku magnezu. Oznaczenie jej przez ekstrakcję alkoholem dałoby wyniki za wysokie, z powodu rozcieńczenia alkoholu wodą z ługu.

Langbeinit wydzielany w wyższych temperaturach nie może istnieć w niższych i dlatego reagując z ługiem przyczepnym powoli przechodzi na szenit lub leonit, a także kainit. Wreszcie podczas sączenia ługów po odparowaniu, na skutek oziębienia, wydzielac się będzie chlorek potasu.

Przy odparowaniu w wyższych temperaturach 105°, zamiast chlorku potasu i langbeinitu, będzie występować w krystalizacie kalimagnezja, kainit i chlorek magnezu. Masa chlorku potasu będzie w krystalizacie większa, niż to wynika z równania.

Proces odparowania ługów badano następująco:

Przy procesie odparowania pod próżnią umieszczono zważoną masę ługu w grubościennej flaszce, w której korku znajdował się termometr i dwie rurki, jedna prowadząca do pompy wodnej, druga zakończona kurkiem, z umieszczoną na końcu kapilarą. Cała flaszka umieszczona była w kąpeli wodnej podgrzewanej. Starano się tak uregulować próżnię, przez regulowanie przepływu wody i dokręcanie kurka z kapilarą, by temperatura wrzenia pod próżnią była możliwie stała. Próżni natomiast nie mierzono, stopień odprowadzania określano ważąc flaszkę z ługiem przed i po odparowaniu. Przy procesie odparowania pod normalnym ciśnieniem umieszczano ług w naczyniu blaszanem i ogrzewano wprost na palniku. Aby uniknąć rzucania i pienia się cieczy, mieszano mieszadłem mechanicznem. Intensywne mieszanie sprzyjało prędkiemu parowaniu i zupełnie usuwało pienie się. Po ukończonym odparowaniu odsączono krystalizat na leжку ogrzewanym i ług odsączony zostawiano do całkowitego oziębienia. Po oziębieniu odsączano krystalizat i brano próbki do analizy chemicznej, krystalizaty z odparowania i krystalizacji badano pod mikroskopem, celem stwierdzenia rodzaju faz stałych. Tablica 6 oddaje wyniki doświadczeń, tablica 7 i 7-a analizy ługów i krystalizatów.

¹³⁾ Borchert — „Kali” XXVIII 290, 1934.

TABLICA 6.

L. p.	Tempera- tura odpa- rowania	Ilość wody odparowan. wzgl. całko- witej zawart. wody w lu- gu p % ^o / _o	Ilość wody odparow. z 1 tony ługu w kg	Ilość kry- stalizatu pod- czas odparo- wania z 1 t roztworu	Ilość kry- st. pod- czas chło- dzenia z 1 t t.
20.	106 ^o — 108 ^o	64,5	470	161	22
21.	106 ^o — 108 ^o	61,5	445	159	26
22.	106 ^o — 108 ^o	63	475	170	26
33.	67 ^o — 75 ^o	61,5	445	135	41
24.	67 ^o — 75 ^o	60,0	435	135	49

tego próbka ługu wykazuje mniejszą zawartość *KCl*. Większe ilości chlorku potasu wydzielać się będą także podczas odsączania krystalizatu od ługu. Krystalizat po odparowaniu wykazuje, oprócz chlorku potasu i langbeinitu, zmienne ilości kalimagnezji i kainitu.

Proces odparowania pod próżnią dość wielką (temperatura wrzenia 67^o — 75^o) nie daje korzystnych rezultatów. Podczas odparowania nie wydziela się ani kainit, ani langbeinit, tylko prawie czysty chlorek potasu.

TABLICA 7.

w mol/1000 mol H ₂ O	20.			21.			23.			24.		
	a	b	c	a	b	c	a	b	c	a	b	c
	ług wyjś- ciowy	ług po od- par	ług po schł.	ług wyjśc.	ług po od- par.	ług po schł.	ług wyjśc.	ług po od- par.	ług po schł.	ług wyjśc.	ług po od- par.	ług po schł.
K ₂ Cl ₂	25,6	18,0	7,5	24,9	18,0	6,3	25	18,7	6,1	25,4	18,8	5,0
MgCl ₂	19,3	65,0	65,0	16,3	65,0	65,0	18,0	46,0	53,5	18,8	46,5	54,1
MgSO ₄	10,4	6,0	6,0	11,0	6,0	6,0	11,0	20,6	13,0	11,0	25,0	12,3
Na ₂ Cl ₂	0,7	3,0	3,0	1,0	3,0	3,0	1,0	2,8	3,0	1,0	2,8	3,0

TABLICA 7a.

	d 20 e				d 21 e				d 22				d 23 e				d 24 e			
	odparow.		schłodz.		odparow.		schłodz.		odparow.		odparow.		schłodz.		odparow.		schłodz.			
	%	moli	%	moli	%	moli	%	moli	%	moli	%	moli	%	moli	%	moli	%	moli		
K ₂	35,0	2,56	42,8	1,00	35,0	2,90	43,0	1,0	35,2	2,56	42,5	1,00	25,9	1,58	42,2	1,00	19,2	1,54		
Mg	4,2	1,0	0,9	0,068	4,2	1,0	0,8	0,06	4,28	1,0	1,6	0,123	5,7	1,11	1,6	0,124	5,9	1,54		
Cl ₂	31,7	2,55	41,4	1,062	31,1	2,86	41,6	1,07	30,8	2,48	41,6	1,08	14,9	1,0	40,8	1,07	11,3	1,0		
SO ₄	17,5	1,04	0,4	0,001	15,1	1,01	0,4	0,01	18,2	1,07	2,4	0,046	33,8	1,68	3,3	0,064	32,45	2,11		
H ₂ O	11,6	3,68	14,5	1,47	15,03	5,40	14,2	1,43	11,5	3,64	11,9	1,22	19,6	5,2	12,1	1,25	32,10	11,0		

Składy krystalizatów podano w procentach wagowych jonów. Ługi do odparowania pod normalnym ciśnieniem były mniej stężone niżby odpowiadało to składowi teoretycznemu ługu *m*, przy mniejszym stopniu odparowania (64 — 61% zamiast 67%) osiągnano mniejsze stężenie chlorku magnezu — 65 zamiast 70 mol. Stężenie chlorku potasu w ługach wynosiło mniej, niż wynika z danych rozpuszczalności *KCl* w tym układzie. Także ilość chlorku potasu, która wydzieliła się po schłodzeniu, była mniejsza, niż wypadało z rachunku. Średnio stosunek wagowy *KCl* ze schłodzenia do krystalizatu wynosi 1 : 6,7, teoretycznie zaś powinien wynosić 1 : 4,4. Jeżeli uwzględnimy jeszcze znaczne ilości ługu przyczepnego, to stosunek ten można przyjąć jak 1 : 5. Odchylenia te można wytłumaczyć tem, że z chwilą zaprzestania wrzenia spada temperatura i chlorek potasu zaczyna prędko krystalizować. Na skutek

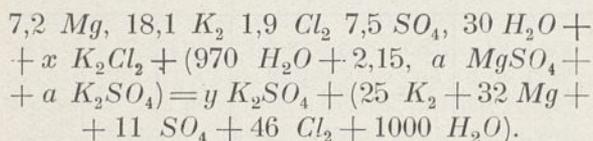
Zachodzą znaczne przesylenia langbeinitem. Przy schłodzeniu tych przesyconych ługów wydzielają się kainit razem z kalimagnezją. Mieszanina kainitu i kalimagnezji dałaby się tylko z trudem przerobić na siarczan potasu tak, że możliwość ta przy proponowanym schemacie musiałaby odpaść. Odzyskany, chlorek potasu pochodziłby tylko z procesu odparowania, ilość jego jest mniejsza niż przy odparowaniu przy normalnym ciśnieniu i następnym schłodzeniu.

Przy odparowaniu pod normalnym ciśnieniem żadnych większych przesyceń nie stwierdzono, także ilości i składy krystalizatów po odparowaniu wykazują wielką jednolitość. Wobec tego przy dalszych próbach odparowywano ługi tylko pod ciśnieniem normalnym i do przemiany z ługiem ciekłym używano krystalizatu tylko z takiego odparowania pochodzącego.

7) Obliczanie masy krystalizatu do wymiany z chlorkiem potasu i z ługiem cieniakiem:

Z jednej tonny ługu siarczanego po odparowaniu wydziela się 161 — 170 kg krystalizatu. Tę ilość musi się zadać taką ilością chlorku potasu i ługu cienikiego, aby z powrotem odzyskać po wymianie 1 tonnę ługu siarczanowego. Ilość i skład ługu cienikiego, a także ilość KCl zależą od składu krystalizatu.

Na 1 kmol ługu siarczanowego przypada 41 kg krystalizatu (kmol ługu waży 25 kg). Skład krystalizatu został określony: 1,0 Mg, 2,56 K_2 , 2,48 Cl_2 , 1,07 SO_4 , 3,64 H_2O ; odpowiada to ciężarowi cząsteczki 568 g. Z 25000 g ługu siarczanego wypadnie $4100 : 568 = 7,2$ moli krystalizatu. Ilość chlorku potasu i teoretyczny skład ługu cienikiego obliczyć się da z równania:



$$Cl: 17,9 + x = 46 \quad x = 28,1$$

$$Mg: 7,2 + 2,15 a = 32 \quad y = 32,6$$

$$K_2: 18,1 + x + a = y + 25 \quad a = 11,4$$

Skład ługu cienikiego powinien być: 11,4. 1000 : 970 = 11,8 mol K_2SO_4 i 11,4. 2,15. 1000 : 970 = 25,4 mol $MgSO_4$ na 1000 mol wody.

Wydajność reakcji wymiany względem K_2 :

$$[32,6. 100 : (11,4 + 28,1 + 18,5)] = 56,5\%.$$

8) Otrzymywanie ługu cienikiego:

Jak widać z tablicy 8, prędkość powstawania ługów cieniakiem jest nieznacznie wyższa, niż przy powstawaniu ługów gęstych.

I w tym wypadku po 1 godzinie, przy drobnym przemiele, nie osiąga się końcowego stężenia, tak że składy ługów będą o 2 do 4% niżej swego stężenia teoretycznego. Cienkie i gęste ługi przy temperaturze rozpuszczania w 60° będą dalekie od granicy nasycenia langbeinitem (ściśle powiedziawszy leonitem).

Z tego wynika ważny szczegół, że pewien nadmiar langbeinitu rozpuszczonego nie będzie szkodliwy. Dałoby się nawet pomyśleć stosowanie takiego nadmiaru langbeinitu, przy którym stężenie ługu odpowiadałoby teoretycznemu, lecz — jak to później będzie powiedziane — stosowanie ługów o stężeniu poniżej teoretycznego, ze względów technicznych, będzie korzystniejsze.

Można jednak, wychodząc z nadmiaru langbeinitu gruboziarnistego, po krótszym czasie rozpuszczania osiągnąć stężenie odpowiadające stężeniu ługu cienikiego. N. p. w doświadczeniu 1. p 30 stężenie cienikiego ługu, odpowiadające 96,5% stężenia teoretycznego, wynosi 218 kg siarczanów magnezu i potasu na 1 tonnę ługu; to samo stężenie da się otrzymać po 30 min wychodząc z langbeinitu o przemiele 2 mm, przy czym stosunek masy langbeinitu do wody odpowiada stężeniu ługu gęstego, a nie cienikiego (l. p. 5, tablica 2).

9) Wymiana ługu cienikiego z krystalizatem i chlorkiem potasu na siarczan potasu:

Ponieważ ługi cieniakiem, podobnie jak i gęste, nie są dokładnie nastawione, to możliwa jest pewna zmiana stosunku chlorku potasu do krystalizatu i stosunku tych ciał stałych do ługu cienikiego. To że składy ługów cieniakiem praktycznie są poniżej stężenia teoretycznego, jest raczej zaletą, niż wadą. Gdyby ługi te wykazywały stężenie teoretyczne, to pewnie, nieznacznie nawet zmia-

TABLICA 8. 14)

Temperatura 60° — na 1 t wody 272 kg langbeinitu, według równania: $11,4 K_2SO_4 + 1,15 MgSO_4 + 1000 H_2O = L$							
Lp.	Czas w min	ziarna < 0,5 mm			ziarna 2 mm		
		% rozpuszczania	na 1 t ługu		% rozpuszczania	na 1 t ługu	
			kg langb.	wody		kg langb.	wody
25	15	91,0	198	802	53	126	874
26	30	92,2	200	800	75	170	830
27	60	98,0	210	790	89	195	805
na 1 t wody 290 kg langbeinitu — według równania: $12,0 K_2SO_4 + 2,15 MgSO_4 + 1000 H_2O = L$							
28	15	90	206	794	54,0	131	869
29	30	92,0	210	790	70,0	169	831
30	60	96,5	218	782	84,0	195	905

14) Oznaczenia te wykonał p. asystent W. Pawlak.

ny w składzie krystalizatu (n. p. zwiększenie zawartości *Mg*), lub zwiększenie stosunku ciał stałych do ługu powodowałyby obecność nierozłożonego *KCl* w osadzie, lub wytrącenie kalimagnezji. Przy ługach cokolwiek więcej rozcieńczonych wymiana będzie odbywać się poza granicą współlistnienia siarczanu potasu z chlorkiem lub kalimagnezją. Ogólnie biorąc operowanie ługami nienasyconymi jest bardzo wygodne. Można magazynować wielkie masy ługów w zbiornikach zapasowych i przez to uniezależnić się od wahań w surowcu langbeinitowym. Mierzenie ich ilości jest również wygodniejsze, niż n. p. wymierzanie ilości kalimagnezji, chlorku potasu i wody przy wymianie ich na siarczan potasu. Stężenie ługów cienkich jest poniżej nasycenia kalimagnezją w 25°, zatem ługi te przechowywać można bez obawy, aby z nich krystalizowała kalimagnezja. Same doświadczenia wykonano w ten sposób, że ługi cienkie o składzie niżej podanym zadawano krystalizatem i chlorkiem potasu w sposób podobny co przy doświadczeniach z ługiem gęstym w 45°. Ważono dokładnie 1/100 części ilości grammoliwych według równania. Zbadano przemianę przy zmiennych stosunkach chlorku potasu do krystalizatu. Wyniki doświadczeń i składy ługów siarczanowych podają tablice 9 i 10.

nym. Doświadczenie 33 przeprowadzono przy stosunku *KCl* do krystalizatu większym niż teoretyczny, przy doświadczeniach 34—36 odwrotnie. Oczywiście, że tylko przy ługach rozcieńczonych więcej, niż to wynika z teorii możliwa jest zmiana stosunku *KCl* do krystalizatu. Dlatego doświadczenia 33—36 wykonano przy ługu ciekim, więcej rozcieńczonym. Z liczb przytoczonych na tablicy 9 widzimy, że ogólnie wydajność jest prawie taka sama wszędzie, zmienia się tylko wydatek siarczanu potasu z jednostki masy ługu siarczanowego. Przy nadmiarze krystalizatu w stosunku do chlorku potasu wypada razem z siarczanem potasu pewna ilość kalimagnezji. Najkorzystniej przebiega wymiana przy stosunku teoretycznym *KCl* do krystalizatu, wydajność z jednostki masy ługu wtenczas jest największa.

10) Preparatywne otrzymanie siarczanu potasu z produktów surowych:

Na podstawie wyników opisanych doświadczeń można ustalić warunki, w których należy prowadzić cały proces otrzymywania siarczanu potasu.

Warunki te są następujące:

1) otrzymywanie ługu gęstego. Rozpuszczanie drobno zmielonego langbeinitu w ciągu 1 godziny w 60°. Chemicznie czystego

TABLICA 9.

L. p.	kg <i>KCl</i> i t ługu langb.	kg kryst. i t ługu langb.	kg <i>K₂SO₄</i> i t ługu	kg <i>MgSO₄</i> i t ługu	kg <i>KCl</i> i t <i>K₂SO₄</i>	kg kryst. i t ługu	tonn ługu i t <i>K₂SO₄</i>	Wydajność		kg <i>KCl</i> kg kryst.
								teor.	prakt.	
31.	188	183	224	—	745	164	4,45	56,5	95	1,05
32.	202	185	230	—	725	166	4,30	57,0	96	1,09
33.	200	157	213	—	845	142	4,70	57,0	95	1,27
34.	150	232	222	7,5	600	206	4,50	57,0	96	0,65
35.	133	204	206	5,0	585	185	4,85	57,2	95	0,65
36.	142	218	212	6,5	580	194	4,70	57,5	66	0,65

TABLICA 10.

	Ł u g i s i a r c z a n o w e					
	31.	32.	33.	34.	35.	36.
<i>K₂Cl₂</i> . . .	24,9	24,0	26,2	24,0	21,8	23,5
<i>MgCl₂</i> . . .	20,6	21,6	19,4	21,0	18,2	19,7
<i>MgSO₄</i> . . .	11,3	10,2	8,5	9,3	12,2	10,9
<i>Na₂Cl₂</i> . . .	0,7	0,6	0,7	0,8	0,7	0,7

Składy ługów cienkich:

L. p.	31-32	33-36
<i>K₂SO₄</i>	11,4	11,0
<i>MgSO₄</i>	25,0	23,7

Przy doświadczeniach 31—32 użyto *KCl* i krystalizatu w stosunku prawie teoretycz-

langbeinitu daje się do wody w stosunku wagowym jak 1 : 2,8.

2) Wymiana *KCl* z ługiem gęstym na *K₂SO₄*. Reakcję prowadzi się w 45°, poczem chłodzi się do 25° w ciągu pół godziny. Chlorku potasu dodaje się do ługu gęstego w stosunku wagowym 1 : 3,5.

3) Odparowanie w temperaturach 105°—106°. Ilość wody odparowanej wynosi 45—47% masy ługu.

4) Schłodzenie ługu po odparowaniu do 25°.

5) Otrzymywanie ługu cienkiego. Rozpuszczanie drobno zmielonego langbeinitu w ciągu 1 godziny w 60°. Chemicznie czystego langbeinitu daje się do wody w stosunku wagowym jak 1 : 3,4. Możliwe jest roz-

puszczanie grubo-zmielonego langbeinitu w stosunku większym niż 1:3,4, lecz w czasie odpowiednio krótszym.

6) Przemiana KCl i krystalizatu z ługiem cienkim na siarczan potasu. Reakcję co do temperatury i czasu prowadzi się jak pod 2. Chlorku potasu daje się w stosunku do krystalizatu jak 1:1,06. Stosunek wagowy KCl + krystalizat do ługu cienkiego jak 1:2,7.

Odpowiednio do tak ustalonych warunków wykonano szereg doświadczeń z otrzymywaniem siarczanu potasu z langbeinitu surowego 88% (kalimag) i 97% chlorku potasu. Założeniem w nich było, żeby bez kontroli analitycznej produktów i ługów pośrednich, a tylko na podstawie wyżej ustalonych warunków otrzymywać siarczan potasu.

Doświadczenia te składają się z trzech grup:

I. Doświadczenia 37—38 dotyczą prowadzenia procesu, przy którym wymiana od-

bywa się z ługiem gęstym i chlorkiem potasu, bez wprowadzenia krystalizatu z odparowania. Proces postępuje prawidłowo, obniżenie wydajności do 52,4% pochodzi ze zbyt intensywnego przemywania wodą siarczanu potasu.

II. Doświadczenia 39—40. Wymiana odbywa się między ługiem cienkim, krystalizatem z odparowania i chlorkiem potasu. Chlorek potasu pochodzi z części z oziębienia ługów i z odparowania. Ilość ługu siarczanowego po przemianie wynosić powinna tyle, ile było ługu, z którego pochodzi masa krystalizatów z odparowania i chłodzenia. W ten sposób proces byłby zamknięty, a wydajność jego byłaby wydajnością praktyczną.

III. Doświadczenia 41—42 mają na celu stwierdzenie wydajności i przebiegu procesu w ruchu ciągłym. Wychodziło się z pewnej określonej ilości ługu siarczanowego i: 1) odparowywało się go, 2) chłodziło się, 3) przeprowadzało się przemianę między krystalizatem, ługiem cienkim i chlorkiem po-

TABLICA II.

Lp.	1. lang. 85% g	2. wody g	3. ługu langb. g	4. KCl 97% g	5. kryst. odpar. g	6. KCl z chłodn. g	7. ług siarcz. g	8. wody odpar. g	9. ług martwy g	10. K_2SO_4 g	11. wydajność
37	892	2100	2600	750	—	—	—	—	—	663	52,4
38	665	1800	2400	670	—	—	—	—	—	560	54,0
39	—	—	—	—	—	—	1000	450	338	—	—
	250	734	940	143	168	24,0	1080	—	—	215	84,0
40	—	—	—	—	—	—	1200	540	410	—	—
	283	825	1060	163	192	29	1250	—	—	242	83,0
41	—	—	—	—	—	—	1650	785	500	—	—
	407	1185	1530	259	279	23	1645	800	505	350	79
42	407	1185	1539	235	284	41	1645	—	—	357	87,5

Na 1 tonnę 96—97% K_2SO_4 :

langb. sur. tonn	KCl kg	wody tonn	ługu odp. tonn	wody odp. tonn
1,16	665	3,40	1,57	2,10
1,17	675	3,40	1,70	2,22
1,09	640	3,20	1,35	2,14
1,16	740	3,40	1,43	2,25
średnio:	1,145	680	3,34	1,51

Skład siarczanu potasu:

L. p.	37	38	39	40	41	42
K_2SO_4	96,5	97,5	95,2	97,0	97,02	97,37
KCl	0,5	0,5	0,33	0,82	0,56	0,56
$MgCl_2$	0,3	0,3	0,20	0,43	0,30	0,30
$MgSO_4$	2,2	2,1	4,30	2,75	2,05	1,81
Cl_2	0,5	0,5	0,3	0,7	0,5	0,5
K_2O	52,5	53,0	51,5	52,5	52,5	52,7

tasu, otrzymywano znowu taką samą masę ługu siarczanowego, którą znowu poddawano odparowaniu, schłodzeniu i przeprowadzano przemianę na siarczan potasu. Ten proces można prowadzić bez końca.

Po dwukrotnym powtórzeniu cyklu stwierdzono, że masa ługu siarczanowego równa się ilości wyjściowej. W doświadczeniu l. p. 41 obniżenie wydajności pochodziło z tego, że obawiano się, aby nie zaczął się wydzielać karnalit i ochłodzono ług do 50°, wobec czego wydzielila się mniejsza ilość chlorku potasu. Same doświadczenia prowadzono jak następuje:

Rozpuszczanie langeinitu odbywało się w garnku blaszanym, przykrytym pokrywą blaszaną, po dodaniu odczynnika do skoagulowania odsączano ług do kolby, z której brano go w miarę potrzeby. Przemiana odbywała się tak samo w tym samym naczyniu, chłodzono przez zanurzenie naczynia do

zimnej wody. Odparowanie, tak jak poprzednio już zostało opisane. Wyniki doświadczeń zebrano w tablicy 11. Na podstawie zużytych ilości langbeinitu, chlorku potasu i wody ustala się zużycie tych produktów na 1 tonnę siarczanu potasu i wydajność. Wydajność wynosi 83,5% czyli 88% teoretycznej. Jako straty należy liczyć chlorek potasu w ługach martwych, nierozpuszczony langbeinit i ług przyczepny w nim. Pozatem obniża wydajność odparowanie do mniejszego stężenia chlorku magnezu.

11) Kontrola położenia składów ługów:

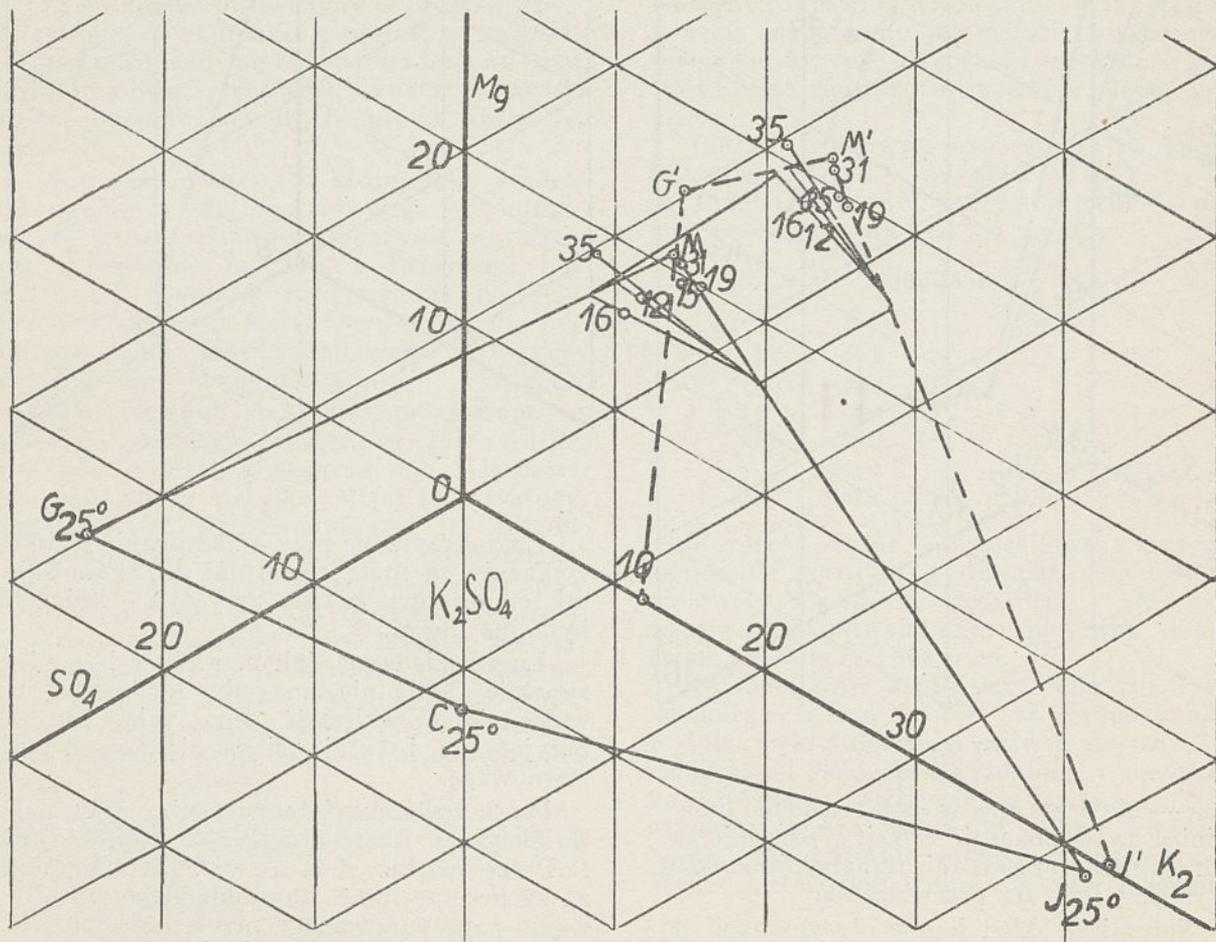
Otrzymane składy ługów muszą być sprawdzone co do położenia ich na odnośnych izotermach układu $K_2Cl_4 + MgSO_4 \rightleftharpoons MgCl_2 + K_2SO_4$. Jeśli punkty te będą leżeć w wielkim przybliżeniu na odnośnych płaszczyznach, lub liniach izoterm, znaczyć to będzie, że zostały osiągnięte prawdziwe stany równowagi. Kontrola ta odnosi się do bezwzględnego stężenia ługów wyrażonego w *mol* na 1000 *mol* wody. Przy zastosowaniu metody rzutów równoległych, na płaszczyznę $K_2 - Mg$ stwierdza się, czy położenie punktu

w rzucie prostokątnym na płaszczyznę rysunku będzie odpowiadać położeniu tego punktu w rzucie równoległym. Ogólna zasada metody graficznej tu stosowanej jest następująca: Dwie proste, które leżą na płaszczyźnie przecinają się w jednym punkcie, ten punkt musi odpowiadać co do swego położenia punktowi przecięcia się tych prostych także w rzucie równoległym¹⁵⁾. Stosownie do tej zasady przekontrolowano położenie punktów odpowiadających składowi ługów po wymianie, odparowaniu i schłodzeniu.

Ługi po przemianie: Ług l. p. 12 nie leży na płaszczyźnie K_2SO_4 , lecz cokolwiek poniżej jej, tak samo jak i ług l. p. 15, który leży koło granicy nasycenia $KCl - K_2SO_4$. Natomiast ług l. p. 16 leży dokładnie na płaszczyźnie K_2SO_4 , punkt zaś 19 trochę niżej, bezpośrednio przy granicy nasycenia $KCl - K_2SO_4$.

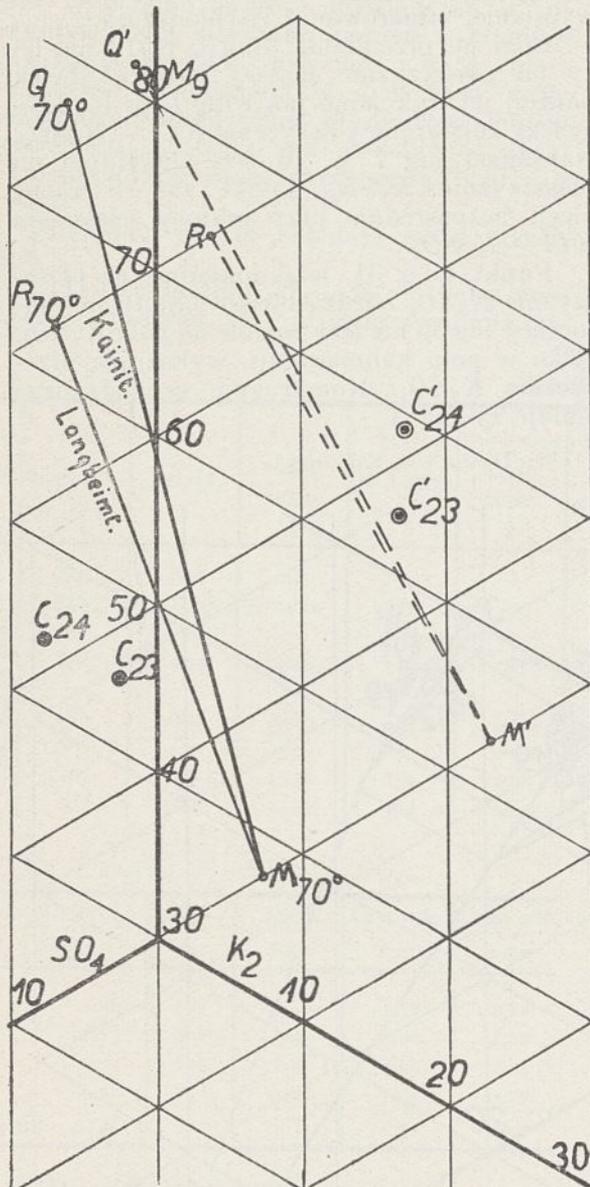
Punkt l. p. 31 leży dokładnie na płaszczyźnie K_2SO_4 bardzo blisko punktu *m*. Natomiast ług 35 nie leży wogóle na polu K_2SO_4 , tylko w polu kalimagnezji, wykazując przesylenie K_2SO_4 . Konstrukcje geometryczne oddaje rycina 3.

¹⁵⁾ D'Ans l. c. Kali 1935.



Rycina 3.

Naogół stwierdzić można, że składy ługów po przemianie zgadzają się z położeniem ich w polu nasycenia K_2SO_4 w 25° i że zatem zostały osiągnięte prawdziwe stany równowag. Z odparowaniem ługów w $67-73^\circ$ pod próżnią jest całkiem inaczej. Na podstawie interpolacji polyterm zostały wykreślone granice istnienia langbeinitu i kainitu w 76° i składy ługów po odparowaniu (rycyna 4). Jak z położenia tych punktów wy-

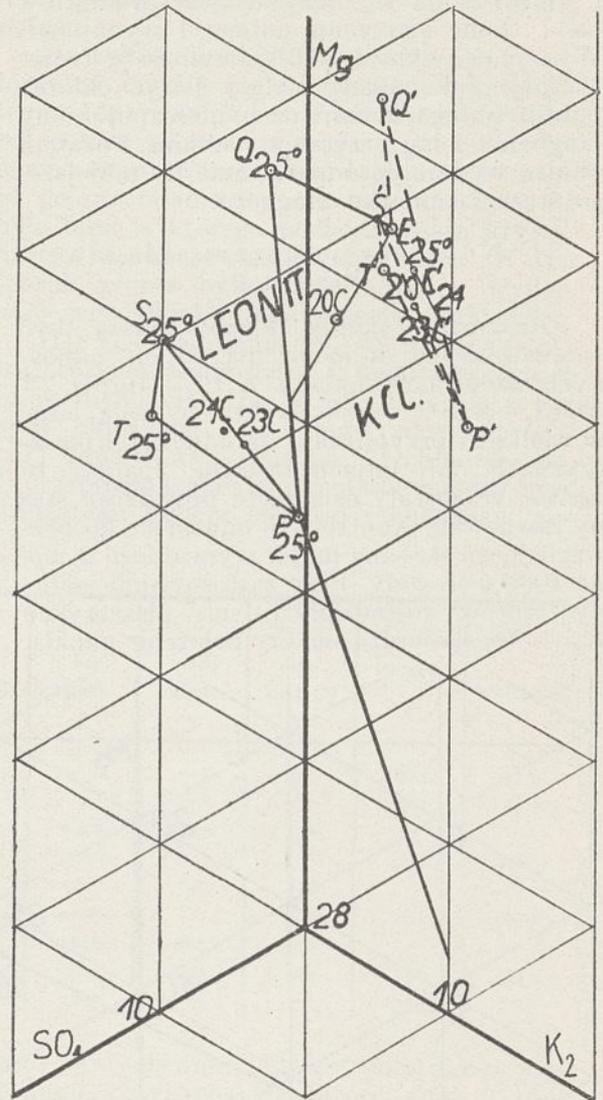


Rycina 4.

nika — nie leżą one w polu istnienia langbeinitu, tylko znacznie wyżej. Występuje zatem zjawisko przesycaenia langbeinitem, które zresztą było do przewidzenia.

Natomiast skład ługów otrzymanych po schłodzeniu tych ługów odpowiada dość dobrze położeniu roztworów nasyconych leoni-

tem i kainitem. Ług 23 e leży bardzo dokładnie na granicy kainitu i leonitu, punkt 24 c nieznacznie niżej tej granicy (rycyna 5).



Rycina 5.

Ługi otrzymane przy odparowaniu w 105° wykazują za małą zawartość KCl odnośnie tej temperatury, a to z przyczyn o których była już mowa.

Ługi schłodzone, jak n. p. 20 c leżą zupełnie dokładnie na polu KCl , lecz uwzględniając wklęsłość tego pola, można przyjąć, że i tutaj osiąga się prawdziwą równowagę.

Praca została wykonana z subwencji Spółki Akcyjnej Eksploatacji Soli Potasowych. P. Prezesowi Inż. Adamowi Podolskiemu za zachęcenie mnie do dokładnego opracowania zaproponowanego przezemnie sposobu i pełne głębokiego zrozumienia zainteresowanie wyrażam swoje serdeczne podziękowanie.

ZUSAMMENFASSUNG.

Auf Grund theoretischer Erwägungen wird auf die Möglichkeit der Kaliumsulfat-Herstellung aus verdünnten Langbeinitlaugen und KCl hingewiesen.

Da die Lösungsgeschwindigkeit beim Langbeinit in einem Ueberschuss von Wasser viel grösser ist als beim Lösen in gesättigten Laugen, so kann das Kaliumsulfat auf diese Weise viel bequemer hergestellt werden.

Um eine höhere Ausbeute zu erreichen ist es notwendig die Sulfatumsetzungs-lauge bis zu einem höheren $MgCl_2$ -Gehalt zu verdampfen. Die aus dem Verdampfungs- und Kühlungsprozesse entstehenden Krystallisate werden zur weiteren Umsetzung mit verdünnten Langbeinitlaugen verwendet.

Der besprochene Prozess wurde bei verschiedenen Bedingungen experimentell geprüft.

Eine entsprechende Menge von rohem Langbeinit muss während 1 Stunde unter kräftigem Rühren bei einer Temperatur von 60° gelöst werden.

Der Umsetzungsprozess wird bei 45° ausgeführt und die so hergestellte Sulfatlauge bis auf 25° gekühlt. Die Verdampfung wird bei 105° bis auf einem Gehalt von 65 mol $MgCl_2$ geführt.

Der Verdampfungsprozess bei vermindertem Druck weist weitgehende Verzögerungserscheinungen der Langbeinitausscheidung auf.

Auf Grund experimenteller Ergebnisse wurden die zur Erzeugung 1 Tonne K_2SO_4 erforderlichen Mengen von rohem Langbeinit, KCl , Wasser und Endlauge bestimmt.

Z badań nad rolą benzyny jako czynnika azeotropującego w procesie odwadniania spirytusu

Recherches sur le rôle de la benzine comme agent azéotropisant dans la déshydratation de l'alcool éthylique

S. SOSNOWSKI i E. TRESZCZANOWICZ

Chemiczny Instytut Badawczy — Oddział Spirytusowy

Nadeszło 9 stycznia 1936

Komunikat 99

Zagadnienie roli benzyny w procesie azeotropowego odwadniania powstało w związku z prowadzonymi przez nas badaniami nad odwadnianiem spirytusów o znacznej zawartości zanieczyszczeń m. i. surówki drożdżowej.

Autorem metody, w której jako środek odwadniający do azeotropowego odwadniania spirytusu stosuje się benzynę, a właściwie mieszaninę benzyny z benzolem, był Guinot¹⁾. Dodatek benzyny ma na celu przede wszystkim lepsze rozwarstwienie heteroazeotropu trójskładnikowego otrzymanego w toku odwadniania.

Jako benzyny służą frakcje zbierane w wąskich granicach temperatur 100° — 101° lub 100° — 102° . Jak wiadomo własności benzyny zależą nie tylko od jej temperatury wrzenia, lecz bezpośrednio od jej składu chemicznego, a pośrednio od pochodzenia ropy, z której dane benzyny zostały wyodrębnione. We Francji badania nad rolą benzyny w procesie odwadniania zostały przeprowadzone w zakładach w Usine de Melle²⁾. Celem naszej pracy było ustalenie odpowiednich danych dla benzyny polskiej, stosowanej w krajowych wytwórniach odwodnionego spirytusu.

Jednym z pierwszych zadań było zbadanie i bliższe określenie składu i własności

benzyny, używanej do odwadniania³⁾, a mianowicie oznaczenie jej ciężaru właściwego, przebiegu krzywej dystalacji, pozornego ciężaru cząsteczkowego oraz składu elementarnego.

Ciężar właściwy, oznaczony piknometrycznie, wynosił $0,752 \text{ g/cm}^3$.

Przebieg krzywej dystalacji według Englera przedstawiony jest na tablicy 1.

TABLICA 1

cm^3	t°	cm^3	t°
0	99,8	55	101,1
5	100,3	65	101,4
15	100,8	75	101,5
25	100,9	85	101,8
35	101,0	95	102,7
45	101,1	97	104,4

Pozorny ciężar cząsteczkowy, którego znajomość ważna jest dla poznania składu molowego mieszanin azeotropów, jakie powstają przy odwadnianiu spirytusu, oznaczono metodą V. Mayera.

Do pomiarów użyto przyrządu zmodyfikowanego w ten sposób, że dolna bańka została wykształcona w trzy mniejsze, oddzielone od siebie przewężeniami i ogrzewane w płaszczu elektrycznym (rycina 1). Naczyńko z cieczą spada do dolnej większej bańki, gdzie głównie odbywa się parowanie. Wskutek tego mieszanie się par z powie-

¹⁾ Pat, franc. 29112 (1924).

²⁾ J. L. Gendre. Die Bedeutung der Wasserentziehungsmittel bei dem azeotropischen Verfahren der Alkoholentwässerung. J. prakt. Chem. 130, 23 (1931).

³⁾ Próba benzyny dostarczona była przez Zakłady Chemiczne „Kutno”.

trzem jest utrudnione, przez co zmniejsza się możliwość ewentualnego, częściowego skraplania się par w górnej, chłodnej części rurki aparatu.

W celu sprawdzenia działania przyrządu wykonano kilka oznaczeń dla chemicznie czystych węglowodorów o znanym ciężarze cząsteczkowym.

Następnie oznaczono pozorny ciężar cząsteczkowy badanej benzyny.

Otrzymane wyniki podano na tablicy 2.

TABLICA 2.

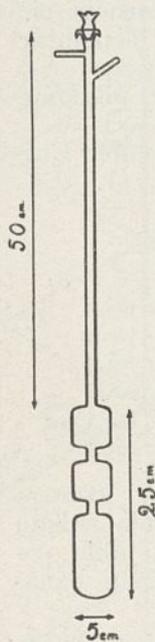
Substancja badana	Ciężar cząsteczkowy obliczony	Ciężar cząsteczkowy znaleziony
Ksylen . . .	106,8	a 101 b 105 średn. 103
Benzen . . .	78,05	a 81,0 b 78,2 " 79,6
Benzyna . . .		a 111,2 b 112,2 " 111,7

Skład elementarny badanej benzyny, oznaczony zapomocą spalania w piecu Liebiga, był: C — 85,8%, H — 14,3%.

Z wielkości ciężaru właściwego, ciężaru cząsteczkowego, przebiegu krzywej dystalacji oraz analizy elementarnej wynikało, że badana benzyna nie była indywidualum chemicznym, lecz mieszaniną kilku składników, wrzących w wąskich granicach temperatur.

W celu określenia chemicznego charakteru składników oznaczono w badanej benzynie zawartość węglowodorów aromatycznych, nienasyconych, oraz, sumarycznie, zawartość węglowodorów parafinowych i naftenowych.

Oznaczenie wykonano metodą Kattwinkla. Metoda polega na tem, że związki aromatyczne i nienasycone ulegają sulfonowaniu przy użyciu mieszaniny, zawierającej na 100 cm^3 stęż. H_2SO_4 o ciężarze właściwym 1,84, 30 g P_2O_5 . Związki parafinowe i naftenowe nie ulegają w tych warunkach zulfonowaniu.



Rycina 1.

Węglowodory nienasycone oznaczono przez ich zulfonowanie zapomocą mieszaniny, zawierającej na 100 cm^3 stęż. H_2SO_4 o c. wł. 1,84 20 g H_3BO_3 .

Na podstawie wykonanej analizy stwierdzono, że badana benzyna zawierała:

Węglowodorów parafinowych i naftenowych 69,0% obj., aromatycznych 24,5% obj., nienasyconych 6,5% obj.

Węglowodory parafinowe i naftenowe, oddzielone przez zulfonowanie, poddano dalszemu badaniu:

Ciężar właściwy, oznaczony piknometrycznie, wynosił 0,730 g/cm^3 .

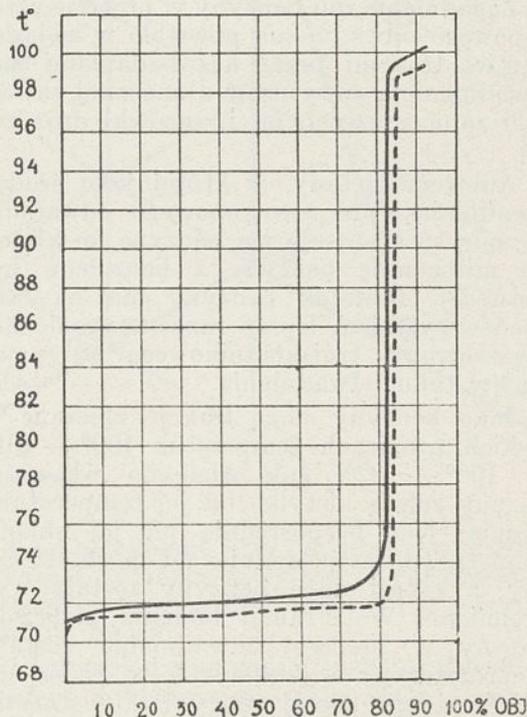
Przebieg krzywej dystalacji według Englera przedstawiony jest na tablicy 3. Średnia temperatura wrzenia, obliczona według Ostwalda i po wprowadzeniu poprawki na ciśnienie barometryczne wynosiła 98,45°.

TABLICA 3.

cm^3	t^0	cm^3	t^0
0	97,8	65	98,5
15	98,3	75	98,55
25	98,3	85	98,7
35	98,35	95	98,7
45	98,4	98	99,8
55	98,5		

Z oznaczeń c. wł. oraz przebiegu krzywej dystalacji wynikało, że otrzymany produkt był, praktycznie biorąc, identyczny z n-heptanem o temperaturze wrzenia 98,45° i c. wł. 0,730.

W celu dalszego zidentyfikowania otrzymanego produktu, zmieszano go z alkoholem



Rycina 2.

bezwodnym w stosunku 62 cm^3 na 38 cm^3 alkoholu i poddano dystalacji w aparacie Englera. Wyniki podano na tablicy 4 oraz przedstawiono graficznie na wykresie (rycina 2) linią kreskową.

Jak wynika z przebiegu krzywej dystalacji, otrzymano azeotrop o temperaturze

wrzenia około 71,5° co, po ewentualnem wprowadzeniu poprawki na ciśnienie barometryczne, odpowiada temperaturze wrzenia azeotropu dwuskładnikowego: heptan-alkohol etylowy (72°).

TABLICA 4.

cm ³	t°	cm ³	t°
0	70,5	80	71,8
1	71,1	83	72,6
5	71,1	84	74,0
10	71,2	94,5	91,0
20	71,3	85	98,5
30	71,3	87	98,8
35	71,4	90	99,0
50	71,5	92	99,2
55	71,6	93	99,3
65	71,7		

Należy podkreślić, że ilość oddystylowanego azeotropu dwuskładnikowego (83,5 cm³) zgadza się dobrze z ilością wyliczoną na podstawie składu azeotropu heptan-alkohol etylowy, podanego w literaturze⁴⁾.

Skład ten jest następujący:

	% wagowych	% objęt.
alkoholu	48	45,9
heptanu	52	54,1

Ponieważ 45,9 cm³ alkoholu zawarte jest w 100 cm³ azeotropu, 38 cm³ alkoholu użytym do dystalacji odpowiada 83 cm³ mieszaniny azeotropowej. W rzeczywistości do przeskoku azeotropowego przedystylowało 83,5 cm³ cieczy. Zgodność tych dwóch liczb potwierdza poprzednie przypuszczenie, że dominującym składnikiem benzyny używanej do odwadniania i stanowiącym około 69% mieszaniny węglowodorów był heptan.

W dalszym ciągu przystąpiono do oznaczenia temperatur wrzenia mieszanin benzyna-alkohol i benzyna-alkohol-woda, oraz składu azeotropów i heteroazeotropów, powstających w toku procesu odwadniania spirytusu.

W celu zbadania układu benzyna-alkohol, mieszaninę 500 cm³ spirytusu odwodnionego (mocy 99,9°) i 500 cm³ benzyny poddano dystalacji frakcjonowanej przy użyciu 30-kulkowej kolumny rektyfikacyjnej Szybkość dystalacji wynosiła około 60 kropel na minutę. Temperatury wrzenia przeliczono na ciśnienie normalne 760 mm słupa Hg, wprowadzając poprawkę 0,05° (1 mm Hg⁵⁾ oraz

⁴⁾ C. Rechenberg. Einfache u. fraktionierte Destillation (1923) 516.

⁵⁾ Dokładne oznaczenie stosunku dt/dp wymagałoby wykonania szeregu pomiarów tonometrycznych, które zajęłyby dużo czasu. Z uwagi na techniczny charakter zagadnienia, uważaliśmy za możliwe przyjęcie poprawki średniej, obliczonej na podstawie danych zawartych w literaturze i odnoszących się do poszczególnych składników mieszaniny. Poprawka ta pozwalała na szybkie przeliczenie wyników z dokładnością dla naszych celów wystarczającą.

poprawkę na wystający słupek rtęci. Dystylat dzielono na frakcje po 100 cm³ każda.

Dystalację prowadzono do chwili, w której zaczął dystalować składnik, znajdujący się w nadmiarze — w danym wypadku alkohol etylowy.

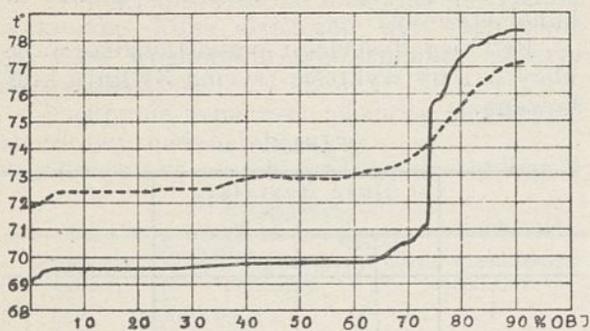
Przebieg dystalacji przedstawiono w tabelicy 5 i na wykresie (rycina 3) linią kreskowaną.

TABLICA 5.

Nr. frakcji	ilość dystylatu		t°	
	w cm ³	w % obj. całości		
I	0	0	71,7	
	10	2	71,8	
	20	4	72,1	
	30	6	72,2	
	40	8	72,1	
	60	12	72,1	
	70	14	72,2	
	90	18	72,2	
	100	20	72,2	
	II	10	22	72,25
20		24	72,35	
40		28	72,35	
60		32	72,35	
70		34	72,35	
80		36	72,6	
90		38	72,7	
100		40	72,8	
III		20	44	72,9
		40	48	72,8
	60	52	72,8	
	70	54	72,8	
	90	58	72,95	
	100	60	73,15	
IV	10	62	73,25	
	20	64	73,25	
	30	66	73,35	
	40	68	73,45	
	50	70	73,65	
	60	72	74,15	
	70	74	74,35	
	80	76	74,75	
	90	78	75,35	
	100	80	75,65	
V	5	81	76,05	
	10	82	76,3	
	15	83	76,4	
	20	84	76,6	
	30	86	77,0	
	35	87	77,1	
	40	88	77,2	
	45	89	77,25	
	50	90	77,25	
	55	91	77,3	
60	92			
dystalację przerwano				

W celu określenia składu mieszaniny azeotropów, jakie tworzą węglowodory zawarte w benzynie z alkoholem, zanalizowa-

no frakcję II i III (frakcję I pominięto, jako zawierającą resztki wody i niewielkie ilości aldehydu wprowadzone ze spirytusem odwodnionym).



Rycina 3.

100 cm^3 badanej cieczy przemywano w rozdzielaczu przedstawionym na rycinie 4 200 cm^3 -emi nasyconego roztworu chlorku wapnia w celu usunięcia alkoholu, poczem mierzono objętość warstwy benzynowej.

Otrzymano wyniki następujące:

	% obj. benzyny	% obj. alkoholu
frakcja II	52,55	47,45
„ III	52,55	47,45

Skład objętościowy mieszanin azeotropów, stanowiących obydwie badane frakcje, był zatem identyczny. Biorąc pod uwagę wąskie granice temperatur wrzenia frakcyj (72,1^o — 72,8^o) można je traktować jako azeotrop, wrzący w temperaturze 72,5^o, o składzie 47,4% obj. alkoholu i 52,6% obj. indywidualnego węglowodoru.

Dodatkowo wykonano w aparacie Englera dystalację mieszaniny 38 cm^3 alkoholu i 62 cm^3 badanej benzyny. Jak wynika z przebiegu krzywej dystalacji (rycina 2, linja ciągła), do przeskoku azeotropowego oddystylowało 82 cm^3 cieczy podczas, gdy według obliczenia na zasadzie składu „azeotropu” benzyna - alkohol powinno przedystrylować 80 cm^3 . Otrzymane wyniki były zgodne w granicach błędu doświadczenia.

Skład i temperatura wrzenia „azeotropu” benzyna-alkohol były zbliżone do składu i temperatury wrzenia azeotropu, jaki tworzy alkohol z heptanem, głównym składnikiem benzyny.

W dalszym ciągu przystąpiono do zbadania mieszanin potrójnych: benzyna-alkohol-woda. Do dystalacji użyto mieszaniny 1000 cm^3 rektyfikatu mocy 92,9^o i 1000 cm^3

benzyny. Dystalację prowadzono w sposób wyżej opisany.

Pierwszą frakcję zebrano w ilości 50 cm^3 , następnie zmieniano odbieralniki w sposób uwidoczniiony w tablicy 6. Frakcje II i III (50 — 550 cm^3) połączone razem i wzięto do oznaczenia składu heteroazeotropu.

Przebieg dystalacji przedstawiony jest w tablicy 6 i na wykresie (rycina 3) jako linja ciągła.

Granice temperatur wrzenia heteroazeotropów wynosiły 69,6 — 69,8^o, a więc były jeszcze węższe, niż w przypadku azeotropów dwuskładnikowych. Również w danym wypadku można więc traktować benzynę jako indywidualny węglowódor, który z alkoholem i wodą tworzy heteroazeotrop o temperaturze wrzenia 69,7^o. „Heteroazeotrop”, składający się z dwóch warstw, dolnej, stanowiącej 40% całości i górnej, stanowiącej 60% całości, zanalizowano, oznaczając w mieszaninie zawartość benzyny, alkoholu i wody.

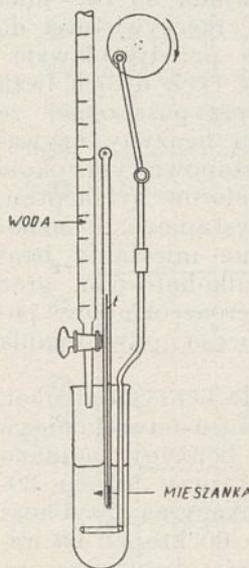
Zawartość benzyny, oznaczona przez rozwarstwienie nasyconym roztworem $CaCl_2$, wynosiła 64% obj. Zawartości wody i alkoholu oznaczono zapomocą metody, polegającej na badaniu temperatur dehomogenizacji mieszaniny pod wpływem wody⁶⁾.

Ponieważ badany heteroazeotrop (A) składał się z dwóch warstw, shomogenizowano go przedtem, dodając do 500 cm^3 cieczy 300 cm^3 odwodnionego alkoholu o mocy 99,8^o obj.

100 cm^3 shomogenizowanej w ten sposób mieszanki (B) oziębiono do temperatury 5^o. Oznaczenie przeprowadzono w aparacie, przedstawionym na rycinie 5. Po dodaniu z mikrobiurety określonej ilości wody, obserwowano skalę termometru i odczytywano temperaturę, przy której zniknęło zmętnienie cieczy. Przez interpolację obliczono t. zw. liczbę rozwarstwienia t. j. ilość wody, która wywołuje zmętnienie mieszanki w 15^o.

Dla badanej mieszanki (B) wynosiła ona 0,59 (cm^3 wody na 100 cm^3 miesz.).

Więszą ilość mieszanki (B) rozwarstwiono zapomocą 40%-ego roztworu $CaCl_2$, otrzymaną warstwę benzynową wysuszono nad



Rycina 5.

⁶⁾ Metoda ta została opracowana w Chemicznym Instytucie Badawczym przez S. Bąkowskiego i B. Karpińskiego do badania napędowych mieszanek spirytusowych.

TABLICA 6.

Frakcja Nr.	Ilość dystrylatu		t°
	w cm ³	w % obj. całości	
I	0	0	69,05
	10	0,5	69,25
	20	1,0	69,25
	30	1,5	69,25
	40	2,0	69,45
	50	2,5	69,5
II	50	5	69,6
	100	7,5	69,6
	200	12,5	69,6
	250	15	69,6
III	100	20	69,6
	200	25	69,6
	250	27,5	69,6
IV	100	32,5	69,7
	150	35	69,7
	250	40	69,75
	350	45	69,75
	400	47,5	69,75
	450	50	69,8
	500	52,5	69,8
V	100	57,5	69,8
	150	60	69,8
	200	62,5	69,8
	250	65	70,0
VI	20	66	70,1
	40	67	70,3
	60	68	70,4
	80	69	70,5
	100	70	70,5
	110	70,5	70,7
	120	71	70,7
	150	72,5	71,1
	170	73,5	71,1
	VII	10	74
20		74,5	75,6
30		75	75,8
50		76	76
60		76,5	76,1
70		77	76,3
80		77,5	76,7
90		78	76,9
100		78,5	77,0
110		79	77,2
120		79,5	77,3
130		80	77,4
140		80,5	77,5
150		81	77,6
160		81,5	77,8
180		82,5	77,8
200		83,5	77,9
220		84,5	78,0
240		85,5	78,1
250		86	78,1
VIII	10	86,5	78,2
	30	87,5	78,2
	50	88,5	77,3
	90	90,5	78,3
	110	91,5	78,3

stałym $CaCl_2$ i sporządzono mieszanę porównawczą (C) o składzie:

benzyny 40 cm³, spirytusu odwodnionego 99,8° 60 cm³.

Dla mieszanek C oznaczono liczbę rozwarstwienia przy 15°, otrzymując jako wynik 4,00 cm³ wody na 100 cm³ mieszanek.

Różnica obu liczb rozwarstwienia wynosiła:

mieszanka porównawcza C : 4,00
 „ badana B : 0,59
 różnica 3,41 cm³/100 cm³

Sporządzono teraz drugą mieszanę porównawczą (D) o składzie bardziej zbliżonym do składu mieszanek (B). Mianowicie 40 cm³ benzyny otrzymanej przez rozwarstwienie zadano 3,41 cm³ wody dystrylowanej, całość rozcieńczono do objętości 100 cm³ spirytusem o mocy 99,8°.

Dla nowej tej mieszanek oznaczono w sposób wyżej opisany liczbę rozwarstwienia, która wynosiła 0,30 cm³/100 cm³.

W chwili rozwarstwienia mieszanina zawiera wody:

- 1) dodanej przy sporządzaniu mieszanek (D) 3,41 cm³
 - 2) „ w celu rozwarstwienia 0,30 „
 - 3) „ wprowadzonej ze spirytusem 99,8°-ym 0,10 „
- Razem 3,81 cm³

Oznaczmy zawartość wody w mieszanek badanej (B) przez x , wówczas w momencie rozwarstwienia mieszanek (B) w temperaturze 15° mieszanina zawierała:

$$(x + 0,59) \text{ cm}^3 \text{ wody.}$$

Stosunek ilości wody do całkowitej objętości cieczy można w wypadku mieszanek (B) i (D) przyjąć ze znacznym przybliżeniem za równy. Można zatem napisać następującą proporcję:

$$\frac{x + 0,59}{100,59} = \frac{3,81}{100,39};$$

stąd:

$$x = 3,23.$$

Ponieważ 100 cm³ shomogenizowanej mieszanek (B) zawierało 3,23 cm³ wody, 800 cm³ tejże mieszanek zawierało 25,82 cm³ wody, w tem 0,60 cm³ wprowadzono z 300 cm³ spirytusu odwodnionego (99,8°), użytego jako homogenizator.

W 500 cm³ heteroazeotropu potrójnego: alkohol-woda-benzyna (A) było więc ostatecznie: 25,82 — 0,60 = 25,22 cm³ wody, czyli w 100 cm³ 5,048 cm³ t. j. około 5,0 cm³.

Tak więc dochodzimy do składu objętościowego azeotropu potrójnego, który zawierał:

benzyny	64,0%	obj.
wody	5,0%	„
alkoholu ⁷⁾	31,0%	„
razem	100,0%	obj.

Jeżeli więc teraz weźmiemy pod uwagę skład heteroazeotropu benzen-woda-alkohol, zawierający według Sidney Younga:

benzenu	74,0%	wag.
wody	7,5%	„
alkoholu	18,5%	„

przeliczmy go na procenty objętościowe (I) i porównamy z heteroazeotropem benzyna-alkohol-woda (II), otrzymamy następujące zestawienie:

I		II	
benzenu ⁸⁾	73,2%	benzyny	64,0%
wody	6,5%	wody	5,0%
alkoholu ⁸⁾	20,3%	alkoholu	31,0%

Z zestawienia tego wynika, co następuje:

1) ta sama objętość heteroazeotropu benzyna-woda-alkohol zawiera mniejszą ilość wody, niż ta sama objętość heteroazeotropu benzen-woda-alkohol;

2) określonej objętości benzenu odpowiada większa ilość wody, niż tej samej objętości benzyny;

3) heteroazeotrop benzyna-alkohol-woda zawiera większy procent alkoholu, niż heteroazeotrop benzen-alkohol-woda.

W porównaniu z benzolem benzyna jest słabszym środkiem odwadniającym, jednakże jest stosowana ze względu na swe własności dehomogenizujące.

Gdy chodzi o ocenę środka odwadniającego w metodzie azeotropowej, należy uwzględnić jego własności jako czynnika azeotropującego, oraz jego własności jako dehomogenizatora. Z mieszalnika kolumny aparatu odwadniającego oddystylowuje heteroazeotrop, który po oziębieniu dzieli się na dwie warstwy: dolną, zawierającą wodę, alkohol i niewielką ilość środka odwadniającego, oraz górną, składającą się głównie z tego ostatniego. Warstwa górna, po rozdzieleniu w rozdzielaczu, zawarcza na kolumnę odwadniającą, dolna, po usunięciu z niej przez wyplókiwanie lub dystylację resztek środka odwadniającego, ulega wzmocnieniu na dodatkowej kolumnie wzmacniającej. Zarówno

warstwa górna, jak i alkohol zawarty w dolnej warstwie, stanowią z punktu widzenia gospodarki cieplnej procesu, swojego rodzaju balast.

Idealnym środkiem odwadniającym byłby taki środek, którego zawartość w mieszaninie azeotropowej byłaby minimalna, teoretycznie równa zero, a zawartość wody w dolnej warstwie możliwie duża, wynosząca teoretycznie 100% całości.

Liczbowo własności danej cieczy jako środka odwadniającego dadzą się scharakteryzować zapomocą dwóch współczynników t. zw. „współczynnika odwadniania” (*a*) i współczynnika „dekantacji” czyli podziału warstw (*b*)⁹⁾. Współczynnik *a* odpowiada stosunkowi zawartości wody w warstwie dolnej do całej objętości heteroazeotropu, współczynnik *b* — stosunkowi objętości warstwy dolnej do objętości zawartej w niej wody. W idealnym wypadku oba współczynniki powinny być równe 1.

W rzeczywistości w wypadku benzenu warstwa dolna heteroazeotropu benzen-alkohol-woda stanowi 16% całkowitej objętości i zawiera, licząc na 100 obj. mieszaniny, 5,1 obj. wody¹⁰⁾. Pozostała część wody znajduje się w warstwie górnej. Współczynnik *a* wynosi więc dla benzenu 0,051, współczynnik *b* — $16 : 5,1 = 3,14$.

W wypadku benzyny, która jest praktycznie nierozpuszczalna w wodzie i posiada w wysokim stopniu własności dehomogenizujące, cała prawie woda (5,0%) znajduje się w warstwie dolnej, stanowiącej 40% objętości heteroazeotropu. Współczynnik *a* wynosi zatem dla badanej benzyny 0,050, współczynnik *b* — $40 : 5,0 = 8$.

Jeśli uwzględnić, że do odparowania heteroazeotropu benzyna-alkohol-woda zużywa się większa ilość ciepła, niż na odparowywanie heteroazeotropu benzen-alkohol-woda, że poza tem większa ilość ciepła zużywa się na wzmocnienie dużych ilości spirytusu, przechodzącego w dolnej warstwie, okazuje się, że benzyna jest mniej ekonomicznym środkiem odwadniającym, niż benzen. Dodatek jej do benzolu jest natomiast konieczny ze względu na dehomogenizujące własności benzyny, oraz wysoki ciężar właściwy benzenu (0,80). Przy użyciu samego benzenu, jako środka odwadniającego, część wody pozostaje w warstwie górnej heteroazeotropu, a rozdzielenie w rozdzielaczu dwóch warstw o zbliżonym ciężarze właściwym napotyka na duże trudności.

⁹⁾ R. Fritzweiler i K. R. Dietrich. Der Azeotropismus und seine Anwendung für ein neues Verfahren zur Entwässerung des Aethylalkohols. Z. angew. Chem. 45, 607 (1932).

¹⁰⁾ J. L. Gendre, l. c. str. 31.

⁷⁾ nie uwzględniając niewielkiej poprawki na kontrakcję.

⁸⁾ nie uwzględniając niewielkiej poprawki na kontrakcję.

Streszczenie.

Przeprowadzono badania, mające na celu wyjaśnienie roli benzyny, jako czynnika azeotropującego w procesie odwadniania spirytusu metodą azeotropową. Do badań użyto benzyny, stosowanej przez krajowe wytwórnie odwodnionego spirytusu. Określono ciężar właściwy, przebieg krzywej dystylacji, skład elementarny, pozorny ciężar molowy oraz zawartość węglowodorów aromatycznych, nienasyconych oraz parafinowych i nftenowych w badanej benzynie. Oznaczono składy i temperatury wrzenia „azeotropu” benzyna-alkohol oraz „heteroazeotropu” benzyna-alkohol-woda. Stwierdzono, że głównym składnikiem benzyny jest n-heptan, stanowiący 69% mieszaniny węglowodorów. Temperatura wrzenia „azeotropu” o składzie 52,6% obj. benzyny i 47,4% obj. alkoholu wynosiła średnio 72,5°, temperatura wrzenia

„heteroazeotropu”, zawierającego 64% obj. benzyny, 5% wody i 31% alkoholu wynosiła 69,7°.

ZUSAMMENFASSUNG.

Ueber die Rolle des Benzins als eines azeotropierenden Mittels bei der Entwässerung von Spiritus.

Zu den Versuchen wurde das Benzin genommen, welches in den inländischen Fabriken zum Entwässern von Spiritus verwendet wird. Bestimmt wurde: das spezifische Gewicht, der Verlauf der Destillationskurve, die elementare Zusammensetzung, das scheinbare Molekulargewicht und der Gehalt an aromatischen, ungesättigten, gesättigten und Naphten-Kohlenwasserstoffen im geprüften Benzin. Es wurden weiterhin Zusammensetzung und Siedepunkt für das „Azeotrop” Benzin-Alkohol, sowie für das „Heteroazeotrop” Benzin Alkohol-Wasser bestimmt.

Als Hauptbestandteil des Benzin wurde n-Heptan festgestellt, welcher 69% der Kohlenwasserstoffmischung ausmacht. Die Siedetemperatur des „Azeotrops” von der Zusammensetzung 52,6 Vol-% Benzin und 47,4 Vol-% Alkohol betrug im Mittel 72,5°; dagegen betrug sie 69,7° für das „Heteroazeotrop” von folgender Zusammensetzung: Benzin 64, Wasser 5, Alkohol 31 Vol-%.

Rtęciometryczna metoda miareczkowa oznaczania P_2O_5 w fosforanach

Le dosage mercurimétrique des phosphates

Dr. JAN WIERCIŃSKI

Laboratorium Badawcze Zjednoczonych Fabryk Związków Azotowych w Mościcach i Chorzowie

Nadeszło 4 listopada 1935

Do opracowywania niniejszej metody przystąpiono jeszcze w roku 1929, lecz wkrótce potem z powodu pojawienia się pilniejszych zagadnień pracę tę przerwano. Obecnie w związku z kwestjami spornymi, jakie wyłoniły się przy oznaczaniu P_2O_5 w nawozach sztucznych temat podjęto i doprowadzono do otrzymania pozytywnych wyników.

Dotychczasowe metody z wyjątkiem acetonowej Lorenza prowadzące do otrzymania dokładnych wyników odznaczają się długim czasem trwania oznaczeń i wymagają wielkiej precyzji w wykonaniu dużej ilości manipulacji. Miareczkowe natomiast metody alkali-względnie acydy-metryczne są mało dokładne; według Kolthoffa¹⁾, błąd oznaczenia wynosi najmniej około 1%. Metoda strącania Ag_3PO_4 ze względu na rozpuszczalność Ag_3PO_4 w rozcieńczonych kwasach nie znalazła szerokiego zastosowania. Zwrócono uwagę na fosforan rtęciawy odznaczający się małą rozpuszczalnością, równą około 10^{-10} mol/l. Dotychczas nie brano pod uwagę możliwości opracowania metody oznaczania

P_2O_5 , opartej na tej zasadzie prawdopodobnie skutkiem zbyt wielkiej hydrolizy soli rtęciawych w roztworach wodnych. $HgClO_4$ jednak nawet w rozcieńczonym roztworze wodnym nie ulega hydrolizie będąc równocześnie silnym elektrolitem.

Na powyższem zatem oparto opisaną metodę.

W międzyczasie ukazała się praca C. Mayra i G. Burgera²⁾, polegająca na wytrącaniu fosforanu nadmiarem roztworu $HgNO_3$ i potencjometrycznem odmiareczkowaniu nadmiaru Hg zapomocą roztworu $Na_2C_2O_4$ bez sączenia Hg_3PO_4 . Metoda ta daje się zastosować tylko do oznaczania P_2O_5 w roztworze fosforanu amonu lub metali alkalicznych, nie zawierającym chlorków i siarczanów, wobec czego ma bardzo małe znaczenie praktyczne.

Metoda obecnie opisana polega na wytrącaniu Hg_3PO_4 nadmiarem roztworu $HgClO_4$ ze słabo kwaśnego roztworu fosforanów—rozpuszczeniu odsączonego i przemytego Hg_3PO_4 w rozcieńczonym HNO_3 , utlenie-

1) Kolthoff, Massanalyse II. 1928.

2) Monatsh. 56. 113. 1930.

niu zapomocą $KMnO_4$ i odmiareczkowaniu Hg zapomocą CNS' .

Do sprawdzania metody stosowano roztwór $0,2 n KH_2PO_4$, nastawiony przez odważenie $0,2 val$ i rozpuszczenie w wodzie dystylowanej w litrowej kolbie miarowej. Próbkę roztworu do analizy pobierano pipetą na 10 względnie $20 cm^3$. Celem oznaczenia Hg w Hg_3PO_4 rozpuszczano go w dużym nadmiarze rozcieńczonego HNO_3 , zadawano kilkoma $cm^3 n KMnO_4$ i po $5 min$ odbarwiano zapomocą roztworu soli Mohra, poczem miareczkowano zapomocą $0,2 n KCNS$. Roztwór około $0,2 n HgClO_4$ przygotowywano przez ogrzewanie odpowiedniej ilości HgO z małym nadmiarem $HClO_4$ i Hg i, po przesączeniu, przez rozcieńczenie wodą dystylowaną do odpowiedniej objętości.

W tablicy 1 uwidoczniono wyniki oznaczania P_2O_5 w roztworze KH_2PO_4 powyższą metodą przez strącanie Hg_3PO_4 w zimnym roztworze nadmiarem $0,2 n$ roztworu $HgClO_4$. Zawsze strącał się osad krystaliczny, który szybko opadał ($1 + 2 min$), pozostawiając nad sobą klarowny roztwór. W części oznaczeń osad Hg_3PO_4 suszono w 105^0 i ważono przed rozpuszczeniem w HNO_3 i oznaczeniem w nim zawartości Hg . Teoretyczna zawartość P_2O_5 w KH_2PO_4 wynosi $52,165\%$.

TABLICA 1.

Skład roztworu w którym strącano Hg_3PO_4	Znal. $\% P_2O_5$		Błąd ozn. w $\%_0$	
	wag.	miar.	wag.	miar.
Roztwór KH_2PO_4 bez dodatków	52,04	52,19	-0,24	+0,05
" " "	52,02	52,05	-0,28	-0,22
" " "	52,15	52,19	-0,03	+0,05
" " "	52,07	52,19	-0,18	+0,05
Do $100 cm^3$ roztw. zaw. KH_2PO_4 dodano $1 cm^3 n HClO_4$	—	52,04	—	-0,24
Do $100 cm^3$ roztw. zaw. KH_2PO_4 dodano $1 cm^3 n HClO_4$	—	52,10	—	-0,12
Do $100 cm^3$ roztw. zaw. KH_2PO_4 dodano $10 cm^3 n HClO_4$	—	52,04	—	-0,24

Zawartość P_2O_5 w stosowanym tu KH_2PO_4 sprawdzono przez oznaczenie jako $Mg_2P_2O_7$ i fosfomolibdenjan, i otrzymano w tej kolejności średnie wyniki dwóch oznaczeń, $52,10\%$ i $52,22\%$.

Strącanie w roztworze gorącym prowadzi do otrzymania wyników za niskich o ile roztwór posiada $p_H < 2$ lub za wysokich przy $p_H > 4$ z powodu strącania się zasadowych soli Hg_2 zwłaszcza w razie obecności w roztworze w większym stężeniu anionów innych niż ClO_4' lub powstawania ich z dysocjacji elektrolitycznej H_3PO_4 . Natomiast

w granicach $p_H = 2 \div 4$ na zimno można otrzymać przez strącanie Hg_3PO_4 w zimnych roztworach i miareczkowe oznaczenie Hg zupełnie dobre wyniki (błąd maks. $\pm 0,3\%$ w obecności NO_3' , SO_4' , Cl' , Ca' i Mg'). Z takim samym błędem w ten sposób można oznaczać P_2O_5 w roztworze zawierającym Al' w stężeniu nie większym od $1/30 mol/l$, większe ilości Al' zarówno jak i obecność Fe' obniżają wyniki na skutek częściowego podstawiania Hg w Hg_3PO_4 . W takim razie trzeba z roztworu badanego fosforanu wytrącić w obecności cytrynianu NH_4MgPO_4 , ten rozpuścić w małym nadmiarze kwasu (najlepiej $HClO_4$), poczem zobojętnić wobec oranżu metylowego jako wskaźnika i po dodaniu $1 \div 2 cm^3 n HClO_4$, w tym dopiero roztworze strącić Hg_3PO_4 zapomocą roztworu $HgClO_4$. W ten sposób uzyskano wyniki oznaczeń P_2O_5 w roztworze zawierającym Fe i Al zgodne ze sobą w granicach $0,25\%$.

Następnie przeprowadzono szereg oznaczeń porównawczych P_2O_5 w supertomasynie i jej mieszkankach z żuzlem względnie azotniakiem metodą rtęciometryczną, molibdenjanową i magnezjową.

Metodę rtęciometryczną stosowano w sposób następujący: $100 cm^3$ wyciągu badanego materiału w 2% -owym kwasie cytrynowym odparowywano z kilkoma cm^3 stężonego kwasu solnego aż do otrzymania gęstego syropu, poczem dodawano nieco miazgi sączkowej, splókiwano wodą dystylowaną do kolby miarowej na $100 cm^3$, dopełniano wodą do marki i sączono przez suchy sączek. $50 cm^3$ przesączu zadawano $50 cm^3 10\%$ -owego cytrynianu (10% -owy roztwór kwasu cytrynowego, zobojętniony wobec oranżu metylowego amoniakiem) i $50 cm^3$ mieszaniny magnezjowej ($55 g MgCl \cdot 6H_2O + 105 g NH_4Cl$ w $1 l$ wody dystylowanej, zagrzewano do wrzenia i dodawano powoli przy intensywnym mieszanii $2,5\%$ -ej wody amoniakalnej. Po pojawieniu się osadu przyspieszano dodawanie wody amoniakalnej aż do wydzielania się z roztworu zapachu NH_3 , poczem wlewano stężoną wodę amoniakalną w ilości odpowiadającej $1/5$ objętości strącanego roztworu. Roztwór chłodzono i sączono przez sączek z bibuły, umieszczony na dnie tygielka Goocha. Po przemyciu $2,5\%$ -ową wodą amoniakalną wydmuchiwano sączek z osadem do zlewki, do której splókiwano wodą resztki osadu z tygla, poczem osad rozpuszczano w $HClO_4$. Otrzymany ostatnio roztwór zobojętniano ługiem wobec żółcieni dwumetylowej, dodawano około $1 cm^3 n HClO_4$ na $100 cm^3$ roztworu i około $30 cm^3 0,2 n HgClO_4$. Po odstaniu się Hg_3PO_4 sączono przez sączek z bibuły w tyglu Goocha, przemywano wodą dystylowaną i przenoszono osad do zlewki jak wyżej. Osad rozpusz-

czano w nadmiarze HNO_3 , dodawano kilka cm^3 $KMnO_4$ i po kilku minutach odbarwiano nadmiarem roztworu soli Mohra. Otrzymany w ten sposób roztwór $Hg(NO_3)_2$ odmiareczkowsywowano za pomocą $0,2n NH_4 CNS$.

Metodą molibdenianową oznaczano w sposób przyjęty w laboratorium analitycznym w fabryce Z. F. Z. A. w Chorzowie. Podobnie jak wyżej wydzielano kwas krzemowy z wyciągu badanego materiału w kwasie cytrynowym przez odparowanie kwasem solnym, poczem $10 cm^3$ przesącza otrzymanego w powyższy sposób, zobojętniano amoniakiem aż do zmętnienia roztworu, który klarowano dodatkiem stężonego HNO_3 i zadawano $250 cm^3$ roztworu molibdenianu amonu. Po odstaniu się osadu, na co czekano najmniej 2 godz, sączono przez tygiel Goocha, wysuszony w 105^0 i suszono w 105^0 w ciągu najmniej 4 godz. Ciężar osadu pomnożony przez 37,53 przyjmowano za równy procentowi P_2O_5 w badanym materiale. (Roztwór molibdenianu sporządzano przez rozpuszczenie 600 g kwasu molibdenowego w $600 cm^3 H_2O$ i $600 cm^3$ 25%-owej wody amoniakalnej, do czego dodawano $7800 cm^3 HNO_3$ o c. wł. 1,2, poczem pozostawiano na 24 godz dla wyklarowania się roztworu).

Jako magnezjową stosowano metodę opisaną w „Dzienniku Urzędowym Min. Rolnictwa i Reform Roln” na str. 77 — 78, wydanym z datą 15. I. 1933 r. i ustaloną przez

ministra wymienionego resortu dla celów nadzoru nad sprzedażą nawozów sztucznych.

TABLICA 2.

$\% P_2O_5$ metodą rtęciometryczną	$\% P_2O_5$ metodą molibdenianową	$\% P_2O_5$ metodą magnezjową
16,16	16,08 — 15,96	16,33 — 16,35
15,87 — 15,92	15,80 — 15,77	16,15 — 16,08
11,72 — 11,79	11,99 — 11,99	11,71 — 11,75
12,35 — 12,30	12,15 — 12,07	12,29 — 12,34
28,77 — 28,58	28,45 — 28,28	28,92
29,75 — 29,64	29,56 — 29,55	29,80 — 29,68

ZUSAMMENFASSUNG.

Es wurde eine merkurimetrische Methode zur Phosphatbestimmung ausgearbeitet: Aus einer Phosphatlösung von etwa $2-4 P_H$ wird mit Merkurperchloratlösung Merkurphosphat Hg_3PO_4 gefällt; nach einem Absetzen während 1—2 Minuten wird filtriert und mit Wasser gewaschen. Der Niederschlag wird in Salpetersäure gelöst und mit Permanganat oxydiert. Das überschüssige Permanganat wird mit einem Ueberschuss von Ferrosulfat reduziert und dann die Merkurionen in üblicher Weise mit Rhodanammiumlösung titriert.

Die Ergebnisse werden von Ca^{++} und Mg^{++} nicht beeinflusst, bei Anwesenheit von Fe^{++} , Fe^{+++} und Al^{+++} fallen die Resultate infolge von Doppelsalzbildung zu niedrig aus.

In Anwesenheit von Fe und Al muss das Phosphat zuerst aus zitrathaltiger Lösung als NH_4MgPO_4 gefällt werden. Fehlergrenzen höchstens: $\pm 0,3\%$.

KĄCIK SEKCJI ANALITYCZNEJ P. T. Ch.

Section analytique de la Société Chimique de Pologne

Dnia 12 marca odbyło się zebranie Sekcji Analitycznej P. T. Ch. z referatem dr. K. Drewskiego na temat: „Metoda potencjometryczna i jej zastosowanie w analizie”. Po referacie przystąpiono do wyborów nowego Zarządu Sekcji, w skład Zarządu weszli pp. prof. dr. Tadeusz Miłobędzki, inż. Marcei Struszyński, inż. Jerzy Pfanhauser, inż. Bolesława Mielnikowa. Pożatem zebranie wybrało do Komisji normalizacji naczyń laboratoryjnych p. inż. Bolesława Modrzejewskiego na miejsce ustępującego p. doc. dr. J. Stalony-Dobrzańskiego.

SKRZYŃKA ZAPYTAŃ

Odpowiedź na pytanie 1 w numerze 9 — 10.

Dotychczasowe sposoby oznaczania arsenu w żeliwie

i stalach oparte są na powstawaniu lotnego $AsCl_3$ (po zredukowaniu kwasu arsenowego) i na odpędzeniu go w obecności dużego nadmiaru stężonego HCl . W dystalacji arsen oznaczamy wagowo lub mianujemy go roztworem bromianu lub jodu. Można również wykrywać arsen spektrograficznie, jednak nie mamy dotychczas opracowanej metody ilościowego spektrograficznego oznaczania arsenu w żeliwie i stalach.

Odpowiedź na pytanie 2 w numerze 11 — 12.

Rubid i cez w stopach najlepiej wykrywać w łuku stosując spektrograf szklany o dużej dyspersji. Pierre Urbain podaje, że czułość spektrograficznego wykrywania rubidu dochodzi do 2,3 γ . Tolmatschew (Russ. Izwiestja Akademji Nauk. S. S. S. R. 1934) oznaczał lit, rubid i cez spektrograficznie ilościowo.

Pracownia i Szkoła

Laboratoire et enseignement

Wystawa Aparatury Chemicznej dla III klasy
gimnazjalnej.

Urządzona przez Centralną Chemiczną Pracownię Dydaktyczną wystawa trwała od dnia 14 grudnia 1935 r. do 1 lu-

tego 1936 roku. Miała ona na celu przede wszystkim dopomożenie nauczycielstwu w realizacji nowego programu chemji dla III klasy nowego IV-klasowego gimnazjum. Wystawa obejmowała pomoce naukowe, potrzebne do wykonania tego

programu, a więc aparaturę do ćwiczeń uczniowskich i demonstracji nauczycielskich, okazy minerałów, kolekcje przemysłowe, mapy, tablice, przezrocza, wykaz lektury pozaszkolnej.

Ponieważ chodziło o to, by w sposób jaknajprzejrzystszy pokazać, jakimi środkami należałoby poszczególne zagadnienie programu rozwiązywać, wystawę urządzono w ten sposób, że każdy z rozdziałów programu był zilustrowany kolejno zestawionymi demonstracjami lub „ćwiczeniami” z odpowiednio przystosowanymi objaśnieniami.

Jako podstawę do zorganizowania wystawy przyjęto projekt realizacji programu chemii dla III klasy nowego gimnazjum, opracowany przez Komisję Doradczą przy Instruktoracie nauczania chemii. Projekt ten zawierał spis demonstracji i ćwiczeń, dotyczących poszczególnych działów programu, jak też szereg rozważań natury metodycznej.

W oparciu o plan Komisji Doradczej, opracowanie wystawowe każdego z rozdziałów usiłowało zobrazować możliwie jasno sposób wykonania programu przy pomocy celowo użytych pomocy naukowych.

Na wystawie zużytkowany został również materiał Chemicznej Pracowni Dydaktycznej, dotyczący realizacji programu. A więc przede wszystkim szereg opracowanych lub skontrolowanych w Pracowni doświadczeń, związanych z nowym programem.

Poza materiałami, opracowanymi przez Komisję Doradczą i przez Pracownię, umieszczone zostały jeszcze ekspozyty ognisk i grup metodycznych, a więc: przede wszystkim Ogniska Lwowskiego, które nadeszło obfity materiał, dalej Ogniska Chorzowskiego, następnie grupy metodycznej w Białymstoku i Warszawie. Plany opracowań dotyczących realizacji programu nadesłały również grupy metodyczne w Bydgoszczy, Krakowie i Poznaniu.

Dzięki temu niektóre „demonstracje” czy też „ćwiczenia uczniowskie” były na wystawie w kilku odmianach, różne bowiem środowiska niekiedy w różny sposób rozwiązywały pewne zagadnienia. Osobliwie podkreślić należy pomysł Ogniska Lwowskiego zastąpienia gazometrów dętkami.

Poza aparaturą chemiczną według rozdziałów, znajdowały się na wystawie plany urządzeń pracowni szkolnych, opracowane przez Wydział Budowlany Ministerstwa, następnie dokładnie opracowany inwentarz uczniowski, inwentarz stołu uczniowskiego, spisy inwentarza demonstracyjnego, odczynników, pożądanych przezroczy, filmów, lektury pomocniczej nauczycielskiej i uczniowskiej, jak również cenniki, nadesłane przez różne firmy.

Wystawa zajmowała użyczoną łaskawie przez kierownictwo Muzeum Oświaty i Wychowania salę o powierzchni 83,4 m². Powierzchnia stołów zajęta przez ekspozyty, wynosiła 16,6 m².

Z pośród ważniejszych „zestawień” wystawy wymieniamy:

Rozdział I programu. Analiza powietrza przy użyciu miedzi. (Doświadczenie to zostało opracowane w Chemicznej Pracowni Dydaktycznej i było tematem artykułu w *Fizyce i Chemii w Szkole*, r. 1935, str. 161).

Rozdział II. Przeprowadzenie uczniowskiego doświadczenia: działanie żelaza na wodę (podług opracowania podanego przez p. Z. Szellera).

Rozdział III. Otrzymywanie szkliwa. (Doświadczenie to zostało opracowane w Chemicznej Pracowni Dydaktycznej będzie tematem odpowiedniego artykułu).

Rozdział IV. Synteza siarkowodoru (Doświadczenie, opracowane w Pracowni i opisane w artykule w *Fizyce i Chemii w Szkole*, r. 1935, str. 407).

Rozdział V. Otrzymywanie chloru (aparatura do użytku nauczyciela poza godzinami lekcyjnymi).

Rozdział VI. Ekspozyty z obrony przeciwgazowej. Aparatura do otrzymywania dymów (zasłony dymowe).

Rozdział VII. Eksperymenty ilustrujące zasady „zachowania materji” i stosunków ilościowych (zbieranie O₂ z HgO), jako ćwiczenie uczniowskie. Modele atomów i cząsteczek, celowo trzech rodzajów.

Rozdział VIII. Aparatura do syntezy kwasu siarkowego metodą kontaktową (z siarki). Aparatura do utleniania amoniaku do kwasu azotowego. W obu przypadkach zastosowanie aspiratora. Zastosowanie katalizatorów do procesów kontaktowych (Ognisko Lwowskie).

Rozdział IX. Aparatura do ilustracji palenia i zapalności. Aparatura do otrzymywania tlenku węgla, do dystalacji ropy naftowej, do suchej dystalacji drewna oraz węgla kamiennego. Fabrykacja mydła. Analiza elementarna białka.

Nie wymieniamy tu oczywiście całego szeregu drobniejszych „zestawień”, które się na wystawie znajdowały.

Kolekcje przemysłowe zostały zestawione w zastosowaniu do poszczególnych rozdziałów, a więc:

Kolekcje metalurgiczne — do rozdziału I i IV.

Kolekcje z Mościc, Chorzowa, fabryk Solway'owskich, solanki — do rozdziału VIII.

Kolekcje przerobów ropy naftowej, fabrykacji sztucznego jedwabiu, przerobu buraków cukrowych, suchej dystalacji drewna i węgla kamiennego — do rozdziału IX.

Przezrocza zawierały zdjęcia z różnych obiektów przemysłowych, jak kopalnie, huty, Mościce, Chorzów, cynkownie, huty szklane i t. p., ponadto zaś portrety sławnych i zasłużonych chemików polskich.

Kilka tablic, znajdujących się na wystawie, ilustrowało obronę przeciwgazową (maska, aparat tlenowy), pozatem była tablica wielkiego pieca, oraz mapy bogactw kopalnych Polski.

Wystawa wzbudziła wśród nauczycielstwa znaczne zainteresowanie, czego dowodem jest liczba 347 osób, które zwiedziły wystawę, wśród nich 81 osób z prowincji. Pozatem wystawę zwiedziło 5 wycieczek zbiorowych.

Wystawa prac uczniów w Państwowej Szkole Przemysłowej w Warszawie (Hoża 88) otwarta będzie w dniach od 17 do 25 czerwca r. b., codziennie od 9-ej do 16-ej. Udział biorą uczniowie wydziałów Chemicznego i Ceramicznego. Wystawa pozwoli zwiedzającym zapoznać się z przebiegiem nauczania na tych wydziałach.

O konsekwentne popieranie polskiego przemysłu chemicznego. Artykuł pod tym tytułem, który umieściłszy w zeszycie grudniowym poprzedniego rocznika naszego pisma, wzbudził szeroki oddźwięk. Redakcja zwraca uwagę zainteresowanym, że autor przygotowuje uzupełnienie podanego przez siebie spisu wyrobów polskich i prosi o zgłaszanie się doń w tej sprawie.

Tadeusz W. Jezierski

NAUKOWIEC CZY URZĘDNIK

Prawa i obowiązki każdego pracownika, w dobrze zorganizowanym i funkcjonującym przedsiębiorstwie lub instytucji, muszą być dokładnie określone. Określenie to powinno opie-

rać się na jaknajlepszym wyzyskaniu sił umysłowych, lub fizycznych danego osobnika, jego twórczości, tak, żeby korzyść tej pracy była maksymalna, jednak z pełnym zadowoleniem pracownika, który powinien być wybrany i sam predestynowany do tej, czy innej czynności.

Dawno znane wyrażenie: „odpowiedni człowiek na odpowiednim miejscu” nabiera tem większego znaczenia w dzisiejszych czasach specjalizacji. Na przygotowanie ludzi z wyższym wykształceniem: lekarzy, techników, prawników i t. d. którzy mają zająć odpowiedzialne placówki w naszym życiu społecznym, pracując naukowo lub fachowo — państwo łoży bardzo znaczne sumy. Kapitał włożony w ich wykształcenie musi być zwrócony społeczeństwu przez samych pracowników. Nawet w poszczególnych przypadkach nie wolno marnować tego bogactwa, szczególnie w społeczeństwie tak niezamożnym, jak nasze.

W statucie naszych szkół akademickich wyraźnie jest podkreślone, że celem ich jest kultywowanie nauki i kształcenie młodzieży w określonym zawodzie. Do wykonania tych zadań powołany jest zastęp personelu naukowego: profesoria, docenci, adjunkci, asystenci. Rola ich w uczelniach akademickich wskazana jest dokładnie w statutach szkół, a dobór pracowników naukowych powinien być skutecznym tylko z uwzględnieniem walorów naukowo-dydaktycznych. Jeśli pracownicy naukowcy przy katedrach ściśle teoretycznych, jak np. filozofja, lub matematyka, mogą całkowicie poświęcać się badaniom naukowym i obowiązkowi dydaktycznym, to inni, którzy pracują w Zakładach nauk stosowanych, a nawet i teoretycznych, lecz gdzie odbywają się masowe ćwiczenia studentów w laboratoriach, klinikach i t. p. — zbyt są obciążeni czynnościami administracyjnymi. Każdy Zakład tworzy autonomiczną jednostkę, która opracowuje dla siebie pewien plan finansowo-gospodarczy; realizując go dokonuje zakupów we własnym zakresie. Wszystkie te czynności związane są z wielorakimi pracami urzędniczo-biurowymi: korespon-

dencja z fabrykami, firmami sprzedającymi, czy pośrednikami, urzędami celnymi, kolejowemi; czasami urządzenie przetargów; prowadzenie drobiazgowej procedury inwentaryzacji nie tylko cennych przyrządów naukowych, lecz i zwykłego stołka, a także ksiąg dochodu i rozchodu wszystkich materiałów pomocniczych począwszy od rurki, czy probówki, wreszcie kontrola zużycia tych wszystkich materiałów, które są w rękach personelu naukowego, bądź młodzieży studjującej. Nie koniec na tem: jest liczna korespondencja z władzami uczelni, składanie sprawozdań, statystyk. A wszystko to wykonywać musi pracownik naukowy z olbrzymim uszczerbkiem dla pracy naukowo-dydaktycznej, do której przeznaczony był i poświęcił się jej, obejmując powierzone sobie obowiązki asystenta. Nie należy zapominać, że marnuje się siły intelektualne w pracy biurowej tych, którzy w sprawach administracyjnych są niewykwalifikowani i, siłą rzeczy, narzuconych sobie czynności urzędniczych nie wykonywują dobrze, gdyż ich rola, jako pracowników naukowych szkoły akademickiej, została wypaczona.

Sprawę tę trzeba poruszyć i doprowadzić do pomyślnego rozwiązania nie tylko w interesie osób, o których tu mowa, i nie tylko szkoły akademickiej, lecz i przyszłości nauki polskiej. Nasi sąsiedzi zachodni dawno zrozumieli znaczenie nauki i dzięki troskliwej i rozumnej pieczy nad nią doszli do obecnej potęgi. Nasz sąsiad wschodni nie ustaje w pracy nad rozwojem instytucyj naukowych, a rezultaty tego już są widoczne nie tylko w bogatej literaturze, lecz w wielkim rozroście przemysłu. Nie wolno nam poświęcać nauki dla biurokracji, która zawsze ma tendencję do rozszerzenia pola działania i zabicia twórczej pracy. Być może, że biurokracja jest niezbędnie potrzebna, lecz to nie dowód, żeby w pracy biurowo-wykonawczej marnować się miały siły pracowników naukowych.

Rozwiązanie tych spraw nie jest zbyt trudne, lecz na tem miejscu nie będę tego poruszał. Chodziło o wskazanie bolączki.

Wiadomości bieżące

Nouvelles du jour.

Prof. Dr. h. c. Kazimierz Sławiński.

W historycznej auli Wszechnicy Batorowej odbyła się czwartego kwietnia r. b. uroczystość wręczenia prof. Sławińskiemu dyplomu doktora filozofji honoris causa. Około godziny 12-tej aula była wypełniona, na podjum zajęli miejsca profesorowie, w krzesłach na dole przedstawiciele władz, świata naukowego, liczni przyjaciele i znajomi Profesora, galerję zapełniła młodzież akademicka. O godzinie 12-iej wkroczył do auli Senat Akademicki, powitany pieśnią „Gaude Mater Polonia”, odśpiewaną przez Chór Akademicki.

Uroczystość rozpoczął Rektor prof. W. Staniewicz przemówieniem, w którym zobrazował działalność prof. Sławińskiego na terenie Wilna, następnie zabrał głos Dziekan Wydziału Matematyczno-Przyrodniczego prof. E. Bekier, który omówił działalność naukową Profesora i jego zasługi przy organizacji Zakładu Chemji Organicznej, odczytał tekst dyplomu i wręczył go Profesorowi. Po Dziekanie przemawiali: delegat Politechniki Warszawskiej prof. J. Zawadzki, przedstawiciel Polskiego Towarzystwa Chemicznego prof. L. Szperl, w imieniu byłych uczniów prof. O. Achmato-

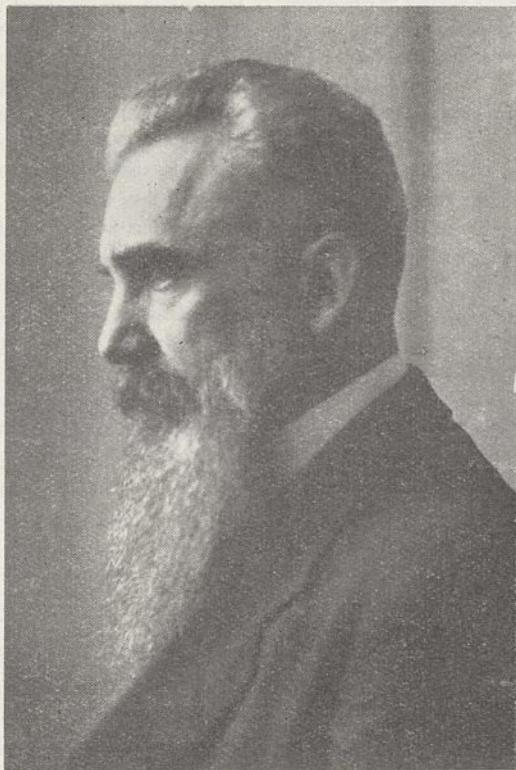
wicz i prezes Koła Chemików U. S. B. którego prof. Sławiński jest kuratorem.

Po przemówieniu prof. Sławińskiego uroczystość zakończyła się odśpiewaniem przez Chór Akademicki pieśni „Gaudeamus”.

Chociaż większość czytelników Przemysłu Chemicznego zna osobiście prof. Sławińskiego, jednak nie wszystkim są znane szczegóły jego życia i dlatego podajemy poniżej krótki życiorys.

Kazimierz Sławiński urodził się w 1780 r. w majątku Lipki w ziemi sieradzkiej. Średnie wykształcenie otrzymał w Kielcach, w 1891 r. wstąpił na uniwersytet w Warszawie i został wkrótce prywatnym asystentem prof. Wagnera, pod którego kierunkiem odbywał studia. W czasie pobytu na uniwersytecie ogłosił drukiem: w 1896 *O pinole* (Żurn. Fiziko-Chim. Obszcz.) w 1897 tamże *O diejstwi na chloristij mentomentil spirtowej szczeloczi i chinolina*. W 1897 kończy prace magisterską *K reakcji okiślenia pinola i o pinologlikolach*. Po obronie rozprawy otrzymuje w 1898 r. w uniwersytecie w Moskwie stopień magistra. Po powrocie z Moskwy zostaje starszym asystentem Politechniki Warszawskiej, do której

przeniósł się prof. Wagner, i w dalszym ciągu pracuje w dziedzinie terpenów. W 1898 ogłasza pracę *O pinoglikolach* (Ziarn. Fiziko-Chim. Obszcz.) w 1899 wspólnie z Wagnerem: *Zur Constitution des Pinens* (Ber. 11, 2064) w 1903 wyjeżdża do Berna, gdzie pracuje w dziedzinie badania produktów spożywczych. Po powrocie pracuje dalej u prof. Wagnera i ogłasza pracę: *De la structure des produits, obtenu par l'action de l'acide hypochloreux sur camphene*. (Bull. acad. Cracovie. VII. 1905). W 1906 wyjeżdża ponownie do Berna. Po powrocie do Warszawy pracuje dalej w Politechnice i ogłasza swe prace w Chemiku Polskim: *O płynnym aldehydzie izokamfienlanowym C₁₀H₁₅O* (Nr. 6), *O działaniu chinoliny i octanu sodowego na bromokamforę* (Nr. 7), *O izofofonie* (Nr. 9), *Ocena podręcznika Chemji Organicznej prof. St. Opolskiego* (Nr. 13), *Przyczynek do cis, cis trans izomerji w szeregu związków terpenowych* (Nr. 15). Następna praca *K woprosu o strojenji kamfiena* ukazuje się w Trud. Politech. Inst.



W związku z działalnością naukową prof. Sławiński należy do następujących towarzystw: Polskiego Towarzystwa Chemicznego w Warszawie, Francuskiego Towarzystwa Chemicznego w Paryżu, Rosyjskiego Fizyko-Chemicznego Towarzystwa w Petersburgu, Niemieckiego Towarzystwa Chemicznego w Berlinie, Towarzystwa Polskich Przyrodników we Lwowie, Towarzystwa Przyjaciół Nauk w Wilnie, Stowarzyszenia Techników w Warszawie, Towarzystwa Higienicznego w Warszawie, Polskiego Towarzystwa Botanicznego Polskiego Towarzystwa Krajoznawczego, którego oddział organizuje w Wilnie. Poza tem pracował w następujących organizacjach: Wielkiej Encyklopedji Ilustrowanej, w której umieścił liczne artykuły treści chemicznej, w Kasie Imienia Mianowskiego, w Wydziale Oświecenia Stołecznego Miasta Warszawy, Kursach Naukowych, Komisji Umundurowania

Wojsk Polskich, Komisji do Opracowania Farmakopei Polskiej i Radzie Dozoru nad Żywnością.

Prof. Sławiński zajmował się również i pracą pedagogiczną, wykładał chemję w następujących zakładach: Wolnej Wszechnicy, na Kursach dla Dorosłych, Kursach handlowych T. Raczkowskiej, pensji L. Rudzkiej, A. Walickiej i szkole handlowej T. Raczkowskiej.

W 1911 tłómaczy podręcznik Chemji Organicznej Hollemana; wydanie drugie rozszerzone ukazuje się w roku 1921.

Nadchodzi rok 1915, po ewakuacji Rosjan, Zarząd Stołecznego Miasta Warszawy powołuje prof. Sławińskiego na stanowisko Kuratora Politechniki Warszawskiej. W tym czasie na propozycję Zarządu Warszawy opracowuje techniczną metodę otrzymywania kwasu salicylowego i buduje fabrykę przy Zakładach Gazowych na ul. Ludnej.

Za okupacji niemieckiej otrzymuje propozycję objęcia katedry Chemji Ogólnej w Uniwersytecie Warszawskim następnie katedry Chemji Farmaceutycznej, lecz odrzuca propozycje i dopiero w 1918 r. zgadza się na objęcie wykładów Technologji Środków Spożywczych w Politechnice Warszawskiej. W 1919 na podstawie orzeczenia Komisji Stabilizacyjnej zostaje powołany na nadzwyczajnego profesora Chemji Organicznej Politechniki Warszawskiej.

W czasie organizacji Uniwersytetu Sefana Batorego w Wilnie Min. W. R. i O. P. zaproponowało prof. Sławińskiemu objęcie wykładów chemji w Uniwersytecie Wileńskim i wyjednało w Politechnice roczny bezpłatny urlop. W październiku 1919 roku prof. Sławiński przyjeżdża na uroczystość otwarcia Uniwersytetu w Wilnie i bada na miejscu potrzeby przyszłych zakładów chemicznych. Okazało się że gmach, przeznaczony na zakłady chemji i fizyki był w stanie opłakany, bez oświetlenia, z zepsutem ogrzewaniem centralnym, bez pomocy naukowych i chemikalji. Znalazona na miejscu biblioteka składała się z kilkudziesięciu zaledwie tomów, przeważnie podręczników przestarzałych. Po okupantach niemieckich, którzy urządzili w tym gmachu szpital, pozostało niewiele odczynników i przyrządów, które jednak nadawały się bardziej do pracowni lekarskich, niż chemicznych.

Niezrażony takim stanem prof. Sławiński wyjednywa potrzebne kredyty i przystępuje do urządzenia sali wykładowej i jednej na razie sali ćwiczeń. Warunki pracy były bardzo ciężkie z powodu braku oświetlenia i ogrzewania. W końcu października prof. Sławiński wyjeżdża do Wiednia, gdzie zakupuje najpotrzebniejsze przyrządy i chemikalja, co umożliwia rozpoczęcie ćwiczeń z medykami. Jednocześnie przystępuje do urządzenia zakładu Chemji Organicznej. Część budynku, przeznaczona na ten zakład, nie była przystosowana do celów chemicznych, pokoje były niewielkie, bez sieci kanalizacyjnej, wodociągowej i gazowej i trzeba było przeprowadzić gruntowną przebudowę i dobudować mały pawilon. Prof. Sławiński decyduje się pozostać w Wilnie na stałe i dekretem z dnia 1.VII 1930 zostaje mianowany profesorem zwyczajnym. Powziąwszy decyzję pozostania przystępuje z właściwą sobie energią do urządzenia zakładu; opracowuje plan przebudowy gmachu, zamawia umeblowanie i w grudniu 1920 r. wyjeżdża po raz drugi do Wiednia po potrzebne przyrządy i chemikalja. W roku akademickim 1921/22 pracownie są już czynne i rozpoczyna się praca naukowa. W 1923 prof. Sławiński ogłasza w Nr. 3 Roczników Chem. pracę *O nienormalnych zjawiskach w grupie związków*

terpenowych w świetle rozszerzonej teorii Thielego, następna praca W sprawie terpenów dwupierścieniowych ukazuje się w Nr. 4 Roczników i w Bull. Soc. Chim. de France.

W tym czasie staje się aktualna sprawa organizacji Studium Rolniczego w związku z fundacją Żemłosławska. Prof. Sławiński poświęca jej wiele czasu i trudu, ratuje ją w chwilach przesilenia, a za czasów swego dziekanatu przyczynia się do ostatecznego ugruntowania Studium Rolniczego.

W związku ze swoimi pracami w dziedzinie terpenów interesuje się sprawą żywicowania drzew iglastych i jeden z jego pierwszych uczniów O. Achmatowicz przeprowadza żywicowanie w lasach na Wileńszczyźnie i przystępuje do badania otrzymanego sposobem laboratoryjnym olejku terpentynowego. Wyniki tego badania ogłasza w 1926 r. w Przemysle Chem. w artykule *O polskim olejku terpentynowym*.

Ilość studentów w pracowni naukowej wzrasta i prof. Sławiński przystępuje do szkolenia zdolniejszych na przyszłych pracowników naukowych. W 1926 r. O. Achmatowicz ogłasza w VI t. Roczników Chemii pracę *O działaniu chlorowodoru na nopinen i O nowym alkoholu terpenowym C₁₀H₁₈O*. Na podstawie pracy *O nowym szeregu pochodnych bornyleny* otrzymuje w 1928 r. stopień doktora, w tym samym roku ogłasza w VIII t. Roczników Chem. pracę *O budowie produktów przyłączenia kwasów chlorowodorowych do bornyleny*. Dzięki staraniom prof. Sławińskiego otrzymuje stypendjum z Fund. Kult. Narodowej i wyjeżdża na dwa lata do Oxfordu, gdzie pracuje u W. Perkina nad alkaloidami grupy strychniny, ogłasza kilka prac i uzyskuje w 1930 r. stopień doktora za pracę *Study on the constitution of Strychnine and Brucine*.

Po powrocie O. Achmatowicz otrzymuje *veniam legendi* na podstawie pracy *O rozbudowie metylochorku strychniny i metylochorku strychnidyny zapomocą wodoru w obecności palladu*. (Roczniki Chem. 13. 1933).

W 1931 r. prof. Sławiński wysłał swojego adjunkta L. Kamińskiego do Zurichu, gdzie pracuje on w laboratorium prof. Karrera i otrzymuje stopień doktora na podstawie pracy *Ueber ein neues Mlatose-anhydrid, das α -4-Glukosidolaeovoglucosan i Ueber die Einwirkung von Di- und Trimethylamin auf Acetobromgentiobiose*.

Z wileńskiej pracowni wychodzą prace: K. Sławiński i S. Hofschajn *O powstawaniu cis, cis-trans pochodnych w grupie związków terpenowych* (Roczniki Chem. 9. 1929), K. Sławiński, J. Piliczewski, W. Zacharewicz. *O obojętnych produktach utleniania pinenu* (Roczniki Chem. 11. 1931), K. Sławiński i W. Zacharewicz. *O obojętnych produktach utleniania pinenu II* (Roczniki Chem. 12. 1932). O. Achmatowicz *O mechanizmie powstawania i rozkładu dwumetylosoli (A) metoksymetylozwiązków* (Roczniki Chem. 12. 1932). O. Achmatowicz. *O dwuhydrometoksymetyloheksahydro-strychninie i jej pochodnych* (12. 1932).

W roku akademickim 1933/34 prof. Sławiński wysłał trzeciego swojego współpracownika Mgr. W. Zacharewicza do Paryża, gdzie pracuje on pod kierunkiem prof. G. Duponta i uzyskuje w 1935 r. stopień doktora za pracę *Synthèses dans la serie du myrténol*. Podczas pobytu we Francji pracuje jakiś czas w Bordeaux w l'Institut du Pin i zaznajamia się z metodami żywicowania sosny morskiej i przerobem żywicy. W roku 1934 ukazuje się praca: K. Sławiński i W. Zacharewicz *O kwaśnych produktach utleniania pinenu* (Roczniki Chem. 14) i K. Sławiński i W. Zacharewicz *O rozbudowie*

czteroczonowego pierścienia w glikolu pinenu (Roczniki Chem. 14). L. Kamiński i P. Lewiówna *O zastosowaniu metody Friedela i Craftsa do otrzymywania bornylooluenu* (Roczniki Chem. 14), O. Achmatowicz i B. Bochwic, *O katalitycznej rozbudowie czwartorzędowych soli brucyny* (Roczniki Chem. 14). L. Kamiński i P. Wierzchowski, *Badania węglowodorów szeregu terpeno-aromatycznego II. O bornylobenzenie* (Roczniki Chem. 15).

Prace prof. Sławińskiego i jego uczniów przyczyniły się w dużym stopniu do wyjaśnienia wielu spornych spraw w dziedzinie terpenów.

Poza pracami ściśle chemicznymi prof. Sławiński interesuje się innymi zagadnieniami, publikuje artykuły o *Mogilach Sniadeckich*, o *Inwentarzu Pracowni Chemicznej Wszechnicy Wileńskiej z roku 1800*, o *Zabiegach pozyskania Żubra dla Muzeum dawnego Uniwersytetu Wileńskiego*, o *Janie Sniadeckim*, o *Jędrzeju Sniadeckim*, tłumaczy Podręcznik Chemii Organicznej Ottona Dielsa. Bierze również żywy udział w życiu kulturalnym i artystycznym Wilna.

W 1935 na prośbę Dyrekcji Polskiego Monopolu Tytoniowego zwiedza plantacje i fabryki tytoniowe i opracowuje projekt organizacji przerobu surowca, a na prośbę Dyrekcji Polskiego Monopolu Spirytusowego zajmuje się badaniem środków do skażania spirytusu.

Profesor Sławiński, który w roku bieżącym opuszcza stworzoną przez siebie placówkę naukową, pozostawia swojemu przyszłemu następcy wzorowo urządzoną i bogato zaopatrzoną pracownię, która może współzawodniczyć z wielu pracowniami zagranicznymi. W. K.

XVIII Zjazd Gazowników i Wodociągowców Polskich przy współdziałaniu Polskiego Komitetu Techniki Sanitarnej i Higieny Miast odbędzie się w dniach 25 — 27 czerwca 1936 r. we Lwowie. Właściwe prace Zjazdu będą miały miejsce w dniach 26 i 27 czerwca. Jako zasadnicze hasła dla prac zjazdowych wysunięto następujące zagadnienia: I) Dla referatów gazowniczych — 1) postępy techniki gazowniczej (produkcja, oczyszczanie, odtruwanie, rozprowadzanie), 2) polityka taryf w przedsiębiorstwach miejskich, 3) kształcenie teoretyczne i praktyczne inżynierów gazowników, 4) gaz ziemny w przemyśle; II) dla referatów wodociągowo-kanalizacyjnych: 1) materiały i wyniki stosowania ich w budownictwie w. k., 2) podstawy udziału adjutantów w kosztach budowy wodociągów i kanałów 3) projektowanie urządzeń w. k. w obecnych warunkach gospodarczych, 4) zagadnienie uprawnień do projektowania i budowy wodociągów i kanalizacji, 5) zagadnienie koncesyj w dziedzinie wodociągów i kanalizacji; III) dla referatów techniczno-sanitarnych: 1) zadania techniczno-sanitarne według ich ważności, 2) organizacja administracji publicznej rządowej, samorządowej — w dziale techniki sanitarnej, 3) prace badawcze wykonane przez Międzywojewódzkie Komitety ochrony rzek przed zanieczyszczeniem, 4) znaczenie oczyszczania ścieków dla różnych gałęzi przemysłu, 5) racjonalne metody usuwania śmieci w miastach.

W miarę potrzeby mogą być poruszone i inne tematy — po uprzednim porozumieniu z Komitetem Zjazdu (Warszawa, Krucza 38, tel. 984-26). Tytuły prac należy zgłosić najpóźniej do 15-go kwietnia r. b., a do dnia 1 maja — nadesłać pełne odpisy w dwóch egzemplarzach wraz ze skrótami i wnioskami. Odpisy skrótów będą rozdane uczestnikom Zjazdu. Przed otwarciem Zjazdu w dniu 25 czerwca odbędzie się Walne Zebrania Zrzeszenia Gazowników i Wodo-

ciągowców Polskich oraz Związku Gospodarczego Gazowni i Zakładów Wodociągowych w Państwie Polskim — poświęcone sprawom organizacyjnym, a przedewszystkiem zmianom statutów Zrzeszenia i Związku.

Inż. Jan Krzyżkiewicz.

XII Konferencja Międzynarodowej Unji Chemicznej odbędzie się w Lucernie i Zurychu w dniach od 16 — 22 sierpnia r. b. pod przewodnictwem profesora N. Parravano.

W czasie Kongresu, który w głównej mierze poświęcony będzie pracy w Komisjach, wygłoszony zostanie szereg wykładów. Mówić będą G. Flusin (Grenoble): *Obecny stan elektrochemii i elektrometalurgii w fazie stopionej*. Prof. Dr. O. Warburg (Berlin): *Konstytucja chemiczna współdziałających ugrupowań fermentów*. Prof. E. C. Dodds (Londyn): *Budowa chemiczna a aktywność hormonów i biologiczna*. Prof. Dr. L. Rużička (Zurych): *Korelacje w szeregu hormonów seksualnych*. Prof. Dr. P. Karrer (Zurych): *Biochemiczne czynniki roślinne barwniki*. Prof. C. G. Fink (Nowy York): *Elektrochemiczne sposoby ochrony żelaza i stali przed korozją*. Prof. F. Giordani (Neapol): *Elektrolizy chlorków alkalicznych*. Prof. Dr. J. Billiter (Wiedeń): *Stan obecny i widoki elektrochemii przemysłowej*.

Adres sekretariatu: Luzern, Vonmattstr. 16.

Instytut higieny powietrza został utworzony w Pittsburgu przez organizacje przemysłowe. Zadaniem tej instytucji jest walka z zanieczyszczeniem powietrza w zakładach przemysłowych przez pył i gazy, zagrażające zdrowiu i życiu ludności robotniczej.

„Garbowanie“ żywej skóry, to nowy interesujący sposób zapobiegania chorobom zawodowym skóry u robotników, narażonych na zetknięcie z substancjami drażniącymi skórę, jak np. terpentyna, parafina, lakiery, smary i t. p.

Oryginalna ta metoda została m. in. zastosowana przez niemiecką ekspedycję naukową do Afryki, ażeby zapobiec oparzeniom słonecznym. Do „garbowania“ skóry zastosowano preparat pod nazwą „Taktokut“. Środek ten okazał się doskonały; nikt z ekspedycji nie uległ oparzeniom, mimo silnego wystawienia na działanie promieni słonecznych.

Wynalazcą tej metody jest pewna firma niemiecka, produkująca smary, która stosuje ją już od dłuższego czasu u siebie. Niektórzy z robotników zapadali dawniej na bardzo uporczywy wyprysk, tak że musieli nawet zaprzestać pracy. Od czasu wprowadzenia „garbowania“ skóry przykre te schorzenia zupełnie znikły.

Dzięki temu, że wspomniana firma polecała także swym odbiorcom tę metodę rozpowszechniła się ona w wielu zakładach przemysłowych np. w fabrykach środków wybuchowych, farbiarniach, lakierniach, fabrykach preparatów do mycia i czyszczenia przedmiotów, fabrykach mebli i aparatów, fabrykach azotniaku i t. p.

Metoda „garbowania“ skóry została wkońcu zbadana naukowo przez jedną z klinik dermatologicznych, gdzie stwierdzono nie tylko jej działanie zapobiegawcze, ale i lecznicze w zawodowych chorobach skóry.

Samo „garbowanie“ skóry polega na wtarcu kilku cm^3 garbnika do skóry rąk po dokładnem ich umyciu i odtłuszczeniu. Zabieg wykonuje się codziennie przed rozpoczęciem pracy.

Nowa metoda zapobiegania chorobom zawodowym skóry zasługuje na zbadanie w naszych klinikach dermatologicznych, celem zastosowania jej w praktyce w walce z chorobami zawodowymi w przemyśle.

Tlenek węgla w samochodach, jest niebezpieczeństwem dla jadących. W. Steinitz¹⁾ stwierdza, że przy stałym oddychaniu powietrzem zawierającym 0,03% CO pojawia się obniżenie zdolności pracy; 0,1% jest już granicą niebezpieczeństwa a 0,3% powodują rychłą śmierć. Oznaczano stężenie CO z intensywności niebieskiego zabarwienia przy odczynie z P_2O_5 i dymiącym H_2SO_4 a to w wydechu, pod maską i we wnętrzu wozu. Przewód wydechowy, odwietrznik i skrzynkę karbowodoru zbadano na szczelność. Ze zbadanych wozów 5 — 6% zawierało we wnętrzu 0,1 — 0,3% CO, 40% miało nieszczelny przewód wydechowy, 66% dawało gazy wydechowe zawierające powyżej 3 — 15% CO. Ustalono następujące powody obecności CO we wnętrzu wozu. 1) Każdy wóz o kształtach niezupełnie opływowych zasysa mniej lub więcej własnych gazów wydechowych, 2) przy powolnej jeździe w mieście, głównie za dużymi wozami ciężarowymi, poważne ilości CO dostają się do wozu przez chłodnicę, 3) Nieszczelność przewodu wydechowego powoduje przedostawanie się CO do wozu. 4) Przy wytartych tłokach lub cylindrach CO przedostaje się ze skrzyni karbowodoru pod maskę, skąd z powietrzem chłodzącym do wnętrza wozu. Ochroną jest jedynie dokładny nadzór i wzorowe utrzymywanie wozu. Ważne jest aby tak nastawić gaźniki, by spaliny zawierały poniżej 3% CO.

Niebezpieczna laka chińska. Oryginalna laka chińska (japońska) jest szkodliwa dla zdrowia robotnika. Laka chińska jest to sok z pewnego gatunku drzew *Rhus vernicifer*, rosnących w Chinach południowych, Indochinach, Japonii i na Formozie. Wypadki chorób zawodowych, wskutek zatrucia organizmu laką, zanotowano w Warszawie w fabrykach śmigieł samolotowych. Śmigła pokrywane są mieszaniną jakiejś farby ziemnej, również pochodzenia chińskiego, a potem jeszcze raz z wierzchu czystą laką. W niektórych krajach do pokrywania laką używani są przeważnie Chińczycy. Okazuje się bowiem, że Chińczycy podobnie jak Japończycy, Annami i ci murzyni nie są wrażliwi na chorobotwórcze działanie laki. Robotnicy biali natomiast narażeni są na szereg niebezpieczeństw. Kropla laki wywołuje wysypkę i łuszczenie się skóry; w wypadkach cięższych obrzęk ciała, podwyższoną temperaturę, ucisk w głowie, ogólne osłabienie. Zauważono, że bruneci są mniej wrażliwi na działanie laki niż blondyni. Przy akierowaniu laką chińską stosować należy najdalej idące środki ostrożności; rękawice ochronne, respiratory i t. p. Również uwaga i czystość przy pracy zmniejszają niebezpieczeństwo zatrucia laką.

Inconel nowy stop bezkorozyjny. Składa się z 80% Ni, 14% Cr i 6% Fe. Dzięki wielkiej odporności niklu na kwasy i alkalia oraz dzięki znanej pasywności chromu stop ten wykazuje bardzo cenne właściwości przeciwkorozyjne. Tak na przykład wrzący 2%-owy roztwór kwasu azotowego koroduje warstwę mniejszą aniżeli 0,0025 mm w ciągu roku. Stop dobrze wytrzymuje kwas azotowy, solny, siarkowy i jest bardzo odporny na alkalia i siarczki alkaliczne. Jest on zupełnie niewrażliwy na mieszaniny kwasu octowego i dwuchromianu sodu, kąpiele barwnikowe z kwasem siarkowym i na szczególnie korodujące warunki zachodzące niejednokrotnie przy dwuazotowaniu. Także przy desulfuracji sztucznego jedwabiu oraz wobec roztworów zawierających kwas mrówkowy i octowy jak i wobec wody utlenionej jest *Inconel* wystarczająco odporny.

¹⁾ W. Steinitz. *Gasmasker*. 7. 124 (1935).