

CONGRÈS INTERNATIONAL POUR
L'ESSAI DES MATÉRIAUX

Congrès International

POUR

L'ESSAI DES MATÉRIAUX

AMSTERDAM, 12—17 SEPTEMBRE 1927

TOME SECOND



LA HAYE
MARTINUS NIJHOFF
1928

1928.831



Inv. 25089.

*All rights reserved
Printed in Holland*



CONTENU DU TOME SECOND

	Page
Rapports de la Section B (Ciment, Pierres et Béton)	
1. Probleme des Eisenbetons von E. Probst	1
2. Hochwertiger Stahl für Druckglieder aus Eisenbeton von Dr. Ing. Fritz Emperger	8
3. Druckbeanspruchung bei Biegung von Robert Maillart	13
4. Compression simple et flambement des piliers en béton armé par le Prof. Louis Baes et Lucien Vandepierre	18
5. Design of concrete mixtures by R. W. Crum	32
6. Über die Methoden zur Gütebewertung von Zement von Dr. Haegermann	61
7. Augmentation de la résistance du béton et du mortier avec l'âge par le Prof. Ing. F. Klokner	75
8. Der heutige Stand der Festigkeitsprüfung von Zementen nach Normen von M. Roš	85
9. Festigkeitsproben der Zemente, mit Einschluss von Raumbeständigkeit und Schwinden von Prof. Dr. Ing. W. Gehler	106
10. Méthode proposée pour les Essais de résistance des liants hydrauliques par R. Féret	127
11. Contribution à l'Étude des Bétons par G. Magnel	139
12. Volumetric changes in Portland Cement mortars and concretes due to changes other than variations in temperature by Raymond R. Davis	145
13. Retrait et dilatation du béton. Résultats d'expérience par le Prof. H. Rabozée	167
14. Examination of reinforced concrete structures near the sea in the dutch East Indies by Ing. C. Wolterbeek	172
15. Beton in Meerwasser von Dr. Richard Grün	184
16. Le ciment alumineux par M. Henry le Chatelier et M. André Duhameaux	208
17. Les Phénomènes thermiques de la prise du ciment Portland par P. Joye	219
18. Cell Concrete by Ing. Erik V. Meyer	233
19. Die Errungenschaften der U.S.S.R. auf dem Gebiete der Erforschung und der Herstellung von silikathaltigen Baumaterialien im letzten Jahrzehnt von Prof. B. Schwezow	240
20. Recherches sur le dosage rationnel des mortiers et des bétons par R. Dutron	252
21. Bericht über Wetterbeständigkeit der Gesteine von Prof. Dr. A. Steuer	263
22. Die ursprünglichen Gesteinsarten niederländischer Bauten alter Zeit, deren Entstehung, Herkunft und Verwitterung von Dr. Ing. A. L. W. E. van der Veen	267
23. Étude pétrographique de certains grès pour déterminer leur résistance aux intempéries par le Dr. Ing. L. Maddalena	275
24. L'Essai rapide de gélimité des pierres par Le Laboratorio de Ingenieros militares de Madrid	280

	Page
25. l'Influence de la composition du mortier et de la qualité des pierres sur la résistance de la Maçonnerie aux intempéries par le Prof. J. A. Van der Kloes	309
26. Das Verfahren zur Prüfung von Ziegelsteinen auf Druckfestigkeit von Prof. H. Burchartz	315
27. Der Einfluss des Brennverfahrens auf Raumgewicht und spezifisches Gewicht von Ziegelsteinen von Prof. Ir. Chr. K. Visser	321
28. Vorschläge zu einigen einheitl. Keram. Untersuchungsmethoden von Prof. Dr. Ing. O. Kallauner	338
29. Progress in refractory materials by Prof. Dr. C. J. Van Nieuwenburg . . .	359
30. Die Prüfung feuerfester Stoffe von Dr. Ing. Hermann Salmang	365
31. Recent developments in the testing of refractories by M. C. Booze	371
32. Methods for and results of rock-tests for road making purposes by Ragnar Schlyter	375
33. Strassenbaumaterial von Prof. H. Burchartz	398

Rapports de la Section C (Divers)

1. Observations sur les mesures du coefficient de frottement des huiles de graissage par Paul Woog	409
2. Neue Methoden zur Beurteilung und Bewertung von Ölen von Ing. B. Marschalkó und I. Barna	415
3. Die Prüfung der Widerstandsfähigkeit der Mineralöle, speziell der Transformatoröle, gegen die Oxydation durch Luft von Evert Norlin	428
4. Die Prüfung der Schmiermittel in Deutschland von Dr. Ing. Dr. Jur. Hilliger	437
5. Viscosity testing of petroleum by Inspection Engineer V. L. Chechot	447
6. Untersuchungen an Dampfturbinen-Oelen von H. Stäger	457
7. Contribution à l'Étude des huiles pour turbines, des huiles pour transformateurs et des huiles pour automobiles par A. R. Matthis	469
8. Plasticity and Elasticity of rubber by Dr. A. van Rossem and Ing. H. van der Meyden	479
9. Fortschritte der Chemie und der chemischen Prüfung des Kautschucks von Prof. Dr. E. Kindscher	487
10. Kritische Übersicht über die gebräuchlichen Methoden der mechanisch-technologischen Kautschuckprüfung hinsichtlich ihrer Eignung zu stoffkundlicher Forschung und praktischer Auswertung von Prof. A. Schob .	495
11. Rapport sur les Essais des fibres isolantes entrant dans la constitution des joints isolants pour Circuits de voie par G. Gilles	503
12. Bauholz von Prof. Otto Graf	517
13. Vieillissement artificiel des bois. Différenciation des bois verts et des bois vieux ou artificiellement vieillis par F. Cellierier	539
14. On some elastic properties of laminated wood for constructional purposes by Dr. Ir. E. B. Wolff and Ir. L. J. G. van Ewijk	551
15. Origin and development of A.S.T.M. tests and specifications for timber by J. A. Newlin	567
16. Über Rostschutzanstriche von Dr. A. V. Blom	581
17. Eisenrost und Eisenschutz von Dr. M. Schulz-Kirchmöser	592
18. Some methods of testing paint and varnish materials by Percy H. Walker .	603
19. Note sur la protection contre les fumées de locomotives, des ouvrages métalliques ou en béton armé par M. Surleau	625
20. Testing of coal and coke by W. B. Calkins, A. C. Fieldner, W. H. Fulweiler and W. Selvig	641
21. Über Steinkohle von Ing. F. C. Wirtz Czn.	656

CONTENU

IX

Page

22. Neuere Gesichtspunkte über die Ausführung von Brennstoffuntersuchungen von Prof. Dr. P. Schläpfer	664
23. Testing coal at the government testing institute of Sweden by Evert Norlin	674
24. Neuere Asphalttheorien von Dr. Ing. F. J. Nellensteijn	684
25. The use of the spectral reflection curve as a practical method of specifying, recording, and verifying the color of paint and other color standards by F. P. Ingalls	689
26. The importance of standard thermometers in the testing of materials by W. H. Fulweiler	698
Table alphabétique des noms d'auteurs et tableau des rapports.	713
Appendice	719
Comité d'Honneur	721
Comité du Congrès	722
Comité d'Organisation	723
Liste des participants	724
Tableau des participants des divers pays	737

RAPPORTS DE LA SECTION B
(CIMENT, PIERRES ET BÉTON)

PROBLEME DES EISENBETONS

von

E. PROBST

Karlsruhe i/B

So gross auch die Fortschritte sind, die in den letzten Jahrzehnten im Eisenbetonbau gemacht wurden, so wenig fehlt es an Problemen, die noch zu klären sind.

Die Fachwelt hat es nunmehr nach mancherlei Widerständen erkannt, dass der Eisenbeton — wie der Betonbau — viel mehr ein Material- als ein Berechnungsproblem ist. Jede Berechnung einer Eisenbetonkonstruktion macht Voraussetzungen für ein Material, dessen Eigenschaften erst durch die Herstellung festgelegt werden. Es ist daher erklärlich, dass viel häufiger Misserfolge zu verzeichnen waren bei Bauwerken, die, obgleich richtig konstruiert und berechnet, aus fehlerhaftem Betonmaterial hergestellt waren, als umgekehrt.

Es gab eine Zeit, wo die Berechnung einer Eisenbetonkonstruktion ein Problem war. Heute ist dies, von einigen Ausnahmen abgesehen, sicherlich nicht mehr der Fall.

Man hat zwischen *Betonbauten* und *Eisenbetonbauten* unterschieden. Im Allgemeinen empfiehlt es sich, Beton- und Eisenbetonbauten nach dem Konstruktionszweck zu unterscheiden.

Das Material an sich wird nicht anders, wenn es durch Eiseneinlagen verstärkt oder ergänzt wird. Die Berücksichtigung der *Kornzusammensetzung des Zuschlagmaterials*, die Begriffe *Wasserzementfaktor* und *Konsistenz* bieten genügende Unterscheidungsmerkmale für das Material je nach seinem Verwendungszweck.

Zahlreiche Arbeiten aus den letzten Jahren beschäftigen sich mit dem *Betonmaterial*, angeregt durch die wertvollen Ergebnisse der ersten Arbeiten amerikanischer Fachleute. Zur Zeit darf als eine der dringlichsten Aufgaben angesehen werden: die *Klärung* der Beziehungen zwischen den Eigenschaften von *Mörtel* und *Beton* aus demselben Bindemittel, oder mit anderen Worten: der Einfluss der groben Zuschlagstoffe auf die Eigenschaften von Beton.

Für viele Eisenbetonkonstruktionen ist der Grad der Sicherheit gegen das Auftreten von Rissen von Bedeutung. Eine höhere *Zugfestigkeit* des Betons wird von Vorteil sein, wenn Rissegefahr besteht, sei es durch die Einwirkung von äusseren Kräften, sei es infolge von Volumenänderungen des Betons, durch Vorgänge beim Erhärten oder durch Temperaturänderungen.

Bei niedriger Zugfestigkeit vermindert sich die Sicherheit gegen das Auftreten von Rissen. Da diese Einfallspforten für rostbildende Substanzen sind, so vermindert sich gleichzeitig die Sicherheit gegen Rostbildungen an den eingebetteten Eiseneinlagen.

Mit Unrecht wird daher die Zugfestigkeit von Beton vernachlässigt gegenüber einer manchmal übertriebenen Steigerung der Druckfestigkeit, die kaum je voll ausgenutzt werden kann.

Die Frage, ob man bei statischen Berechnungen von Eisenbetonbauten, die im Beton auftretenden Zugspannungen nachweisen soll, ist wohl allgemein in der Weise entschieden worden, dass man auf den rechnerischen Nachweis verzichtet. Dagegen ist nichts einzuwenden, denn es liegen genug Beispiele vor, bei denen festzustellen ist, dass trotz des rechnerisch erbrachten Sicherheitsnachweises das Auftreten von Rissen nicht verhindert werden konnte. Es liegt aber nahe, dass man

bei Verzicht auf den Nachweis der Zugspannungen im Beton leicht geneigt ist, den Wert der Druckspannungen zu überschätzen.

Unser Augenmerk muss daher darauf gerichtet sein, in Verbindung mit dem Zementchemiker Mittel zur Steigerung der Zugfestigkeit des Betons zu finden. Die Jagd nach hohen Druckfestigkeiten, wie man dies seit der Einführung der hochwertigen Zemente beobachten kann, hat wenig Wert, wenn nicht gleichzeitig die Zugfestigkeit erheblich gesteigert wird.

Die Grösse der Volumenänderungen (Schwinden und Schwellen) beim Erhärten von Beton mit und ohne Eiseneinlagen ist nach verschiedenen Methoden an mehr oder minder kleinen Proben ermittelt worden. Wir kennen den Einfluss der gebräuchlichsten

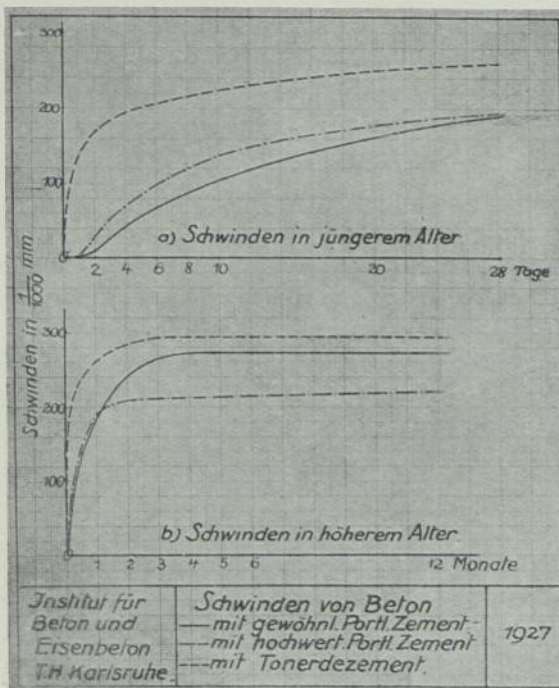


ABB. 1

Bindemittel und einiger weniger Zuschlagsmaterialien innerhalb gewisser Grenzen in der Kornzusammensetzung. Wir kennen auch bis zu einem gewissen Grad den Einfluss von Eiseneinlagen in guter und schlechter Verteilung über den Querschnitt. Ferner haben Untersuchungen bei Schweizer Talsperren den Einfluss der Abbinde temperaturen und des Wassergehaltes auf die Volumenänderungen grosser Betonmassen studiert, deren Ergebnisse bei Bauwerken ähnlicher Art mit Erfolg verwertet wurden.

Die genaue Berücksichtigung der durch die Volumenänderungen beim Erhärten hervorgerufenen Spannungen in Bauteilen aus Beton oder Eisenbeton bleibt jedoch solange erschwert, als es nicht gelingt, den wechselnden Einfluss von Luftfeuchtigkeit und -temperatur besser zu erfassen, als es bisher der Fall war.

Bei kleineren Massen und grossen Flächen wie z.B. bei Betonstrassen oder bei den Wänden aufgelöster Stützmauern werden die wechselnden klimatischen Einflüsse stark hervortreten, insbesondere wenn die Volumenänderungen beim Erhärten und durch die Abbinde Temperaturen zum Stillstand gekommen sind.

Diese Erscheinungen bedürfen weiterer Untersuchungen, die z.T. in meinem Institut bei der Bearbeitung des Betonstrassenproblems studiert werden.

Die Frage der *Wasserdurchlässigkeit* oder *Wasserdichtigkeit* von Beton- und Eisenbetonbauwerken ist in den letzten Jahren wiederholt nach verschiedenen Gesichtspunkten behandelt worden. In der Praxis glaubten Baufirmen das Problem gelöst zu haben durch Konstruktion eigener Deckschichten unter Verwendung des Torkretverfahrens und von Papplagen mit und ohne bituminöse Anstriche. Das Verfahren wurde sogar bei grossen Massen wie bei Schwergewichtsmauern angewiesen und angewendet, wo man mit einfacheren und wirtschaftlicheren Methoden gute Erfolge erzielt hat.

Das ganze Problem ist im Grunde genommen ein Materialproblem, wie dies auch in einer in meinem Institut vor kurzer Zeit abgeschlossenen Arbeit zum Ausdruck kommt ¹⁾. Die systematischen Untersuchungen von *Merkle* haben gezeigt, was durch Beobachtungen in der Praxis bestätigt wird, dass man mit einfachsten Mitteln am weitesten kommt. Eine richtige Zusammensetzung, Verarbeitung und Nachbehandlung des erhärtenden Betons bieten die Grundlage für die Wasserdichtigkeit von Beton- und Eisenbetonkonstruktionen. Zusätze und Anstriche allein oder besondere Dichtungskonstruktionen werden auf die Dauer keinen Vorteil bieten, wenn das Betonmaterial der Konstruktion nicht einwandfrei ist.

Ein Problem, dessen Klärung für die weitere Verwendung des Eisenbetons von besonderer Bedeutung ist, ist der Einfluss *wiederholter Belastungen* auf Elastizität und Festigkeit von Beton und Eisenbeton.

Vor einigen Jahren habe ich mit den Untersuchungen bei *axialem Druck* anfangen lassen an einem Beton von einer ganz bestimmten Zusammensetzung etwa so, wie er bei Eisenbetontragwerken mit schwachen Querschnitten verwendet werden kann.

Die ersten Untersuchungen bei reinem Druck sind auf einer 10 t Maschine von meinem damaligen Assistenten *Mehmel* durchgeführt worden. Die Arbeit ist als Dissertation erschienen, und ich verweise auf die recht interessanten Ergebnisse dieser Veröffentlichung ²⁾.

Der zweite Teil der Untersuchungen hätte bei axialem Zug ausgeführt werden

¹⁾ *Merkle*: „Wasserdurchlässigkeit von Beton in Abhängigkeit von seinem Aufbau und vom Druckgefälle.“ Verlag Springer, Berlin, 1927.

²⁾ *Mehmel*: „Untersuchungen über den Einfluss häufig wiederholter Druckbeanspruchungen auf Druckelastizität und Druckfestigkeit von Beton.“ Verlag Julius Springer, Berlin, 1926.

sollen. Ich habe mich entschlossen, diese Aufgabe vorerst zurückzustellen aus 2 Gründen. Einmal sind Betonuntersuchungen auf reinen Zug nach den bisherigen Methoden aus bekannten Gründen im Bruchstadium nicht einwandfrei durchzuführen. Zum anderen wird man wohl kaum Zugglieder aus Beton oder Eisenbeton in wichtigen Bauteilen wiederholten Beanspruchungen aussetzen.

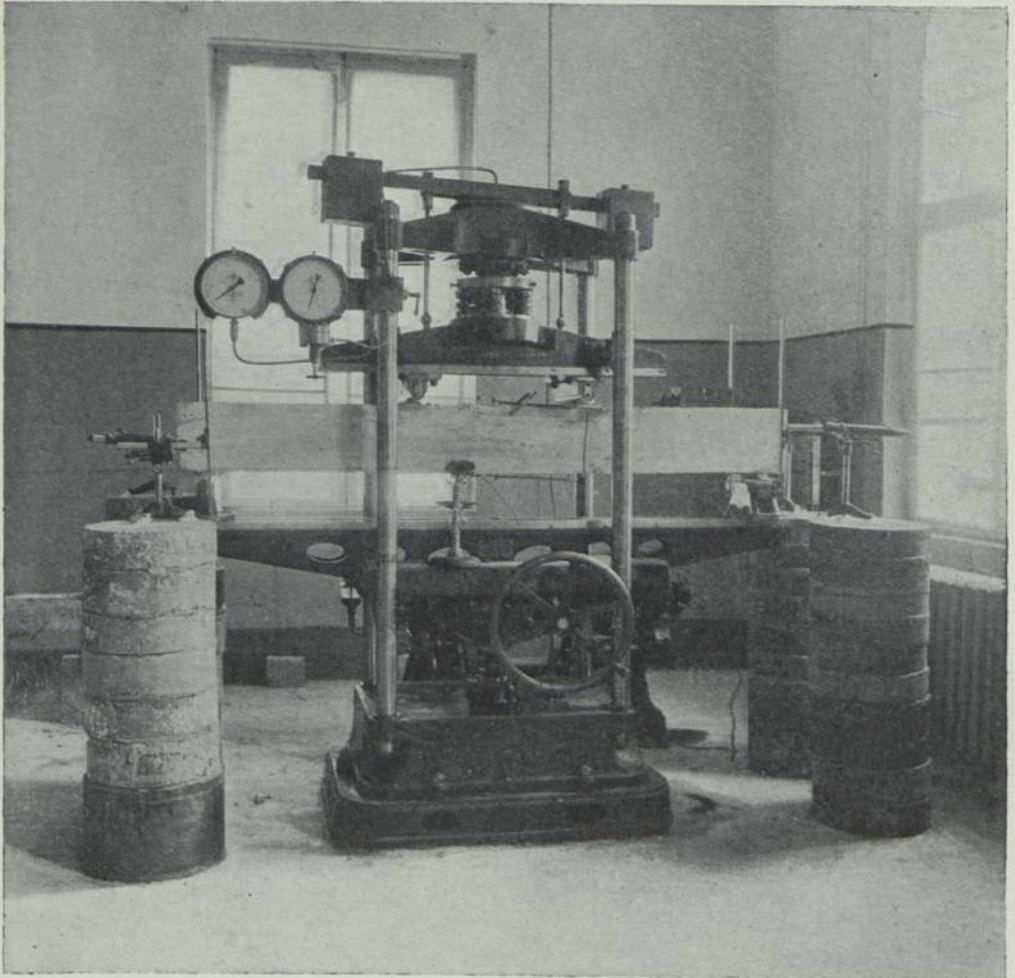


ABB. 2. Untersuchungen mit der 10 t Maschine

Aus diesen Gründen lasse ich als zweiten Teil die Untersuchungen an Balken aus Eisenbeton ausführen, die auf Biegung beansprucht sind. Neben dem Verlauf der Rissbildungen können die Änderungen der Biegungszug- und -druckspannungen bis zur Spannungsgrenze unter dem Einfluss häufig wiederholten Lastwechsels studiert werden. Gleichzeitig werden Prismen von $12 \times 12 \times 50$ cm und

derselben Betonzusammensetzung wie bei den Balken wiederholten Druckbeanspruchungen ausgesetzt, und damit ist zugleich eine Nachprüfung des ersten Teils der Untersuchungen beabsichtigt.

Die Belastungen und Entlastungen sind ähnlich gewählt, wie sie bei Eisenbahnbrücken auftreten. Die auf Biegung beanspruchten Balken sind nur durch Momente in einer Richtung beansprucht. Die Beanspruchung durch wechselnde Momente ist für eine spätere Arbeit vorgesehen.

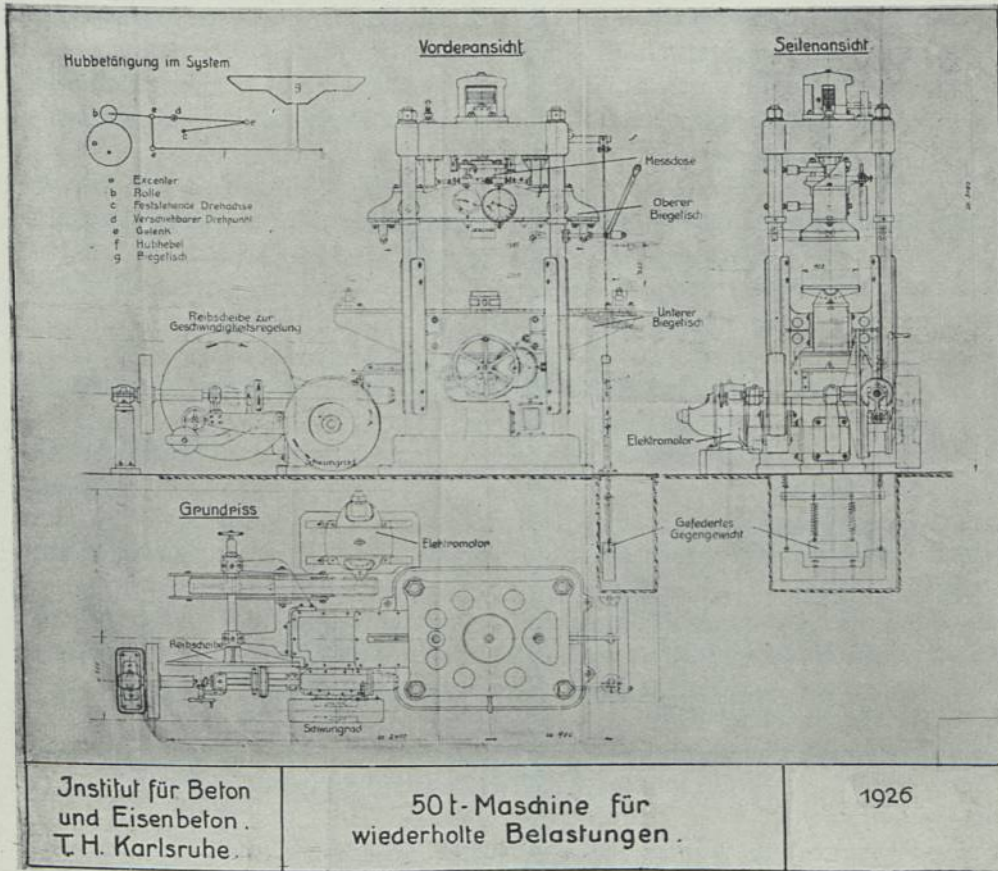


ABB. 3

Die Eisenbetonbalken von 15×25 cm Querschnitt und 2,00 m Spannweite wurden so entworfen, dass die Schubspannungen sehr klein und die infolge der Hauptzugspannungen auftretenden Schrägrisse entweder ganz vermieden oder auf ein unwesentliches Mass beschränkt werden.

Das Prüfungsalter der Proben wurde mit rund 60 Tagen angenommen. Während der ersten 10 Tage lagerten sie feucht. Die zur Ermittlung der Schwind-

masse dienenden Betonkörper wurden unter den gleichen Bedingungen hergestellt und gelagert.

Der Beton wurde in einer ähnlichen Zusammensetzung wie beim ersten Teil aus hochwertigem Zement hergestellt, um die grössten Festigkeitszunahmen vor Beginn der Untersuchungen zu erreichen.

Während die Untersuchungen auf Biegung auf der 10 t Maschine ausgeführt werden, dient die 50 t Maschine den ergänzenden zu gleicher Zeit ausgeführten Beobachtungen.

Die 50 t-Maschine wurde in Gemeinschaft mit der Firma Losenhausen-Düsseldorf unter Berücksichtigung der Erfahrungen der im Jahre 1921 konstruierten 10 t-Maschine entworfen und ist seit 1926 im Betrieb. Beide Prüfungsmaschinen mögen im Bilde vorgeführt werden. Bezüglich der Konstruktionseinzelheiten sei auf die einschlägigen Veröffentlichungen verwiesen.

Die Untersuchungen unter häufig wiederholten Belastungen an den Eisenbetonbalken erfolgen bei der 0,5 und 0,75 fachen Risslast, die an einem Vergleichsbalken durch eine statische Voruntersuchung ermittelt wird. Die Belastung besteht aus 2 im gegenseitigen Abstand von 60 cm symmetrisch zur Mitte befindlichen Einzellasten.

Oberhalb der Rissbelastung wurden folgende Belastungsstadien gewählt:

a. *unter* der Ursprungsdruckfestigkeit des Betons und der Ursprungsfestigkeit der Eiseneinlagen

b. *über* der Ursprungsfestigkeit des Eisens aber noch *unter* der Ursprungsdruckfestigkeit des Betons.

Die Beobachtungen werden in jedem Belastungsstadium auf 1 Million Lastwechsel erstreckt. Ablesungen erfolgten nach je 30000 Belastungen bzw. Entlastungen.

In allen Fällen werden mithilfe von Spiegellapparaten, die über 4 Querschnitte verteilt sind, die Aenderungen in der Lage der Null-Linie sowie die grössten Längenänderungen des Betons in der Druckzone, vor dem Auftreten der Risse auch in der Zugzone beobachtet.

Zur Ermittlung der Risslasten dient ausserdem eine biokulare Lupe von 20 facher Vergrösserung, die auf einer Schlittenkonstruktion am Balken entlang geführt werden kann.

Spiegelapparate und Lupe werden auch zur Ermittlung der Weiten, Längen und Anzahl der Risse mitverwendet.

Parallel mit diesen Untersuchungen erfolgen Messungen der Volumenänderungen des Betons gleicher Zusammensetzung und Lagerung, um deren Einfluss auf die Rissbildung studieren zu können.

Der bisherige Verlauf der zeitraubenden und sehr sorgfältig durchzuführenden Untersuchungen lässt hoffen, dass die ersten zusammenfassenden Ergebnisse im Jahre 1928 der Fachwelt mitgeteilt werden können.

Ich habe mir erlaubt, einige Aufgaben zu nennen, die in meinem Institut fort-

laufend bearbeitet werden. Das zuletzt besprochene Problem ist m. E. dasjenige, dessen Klärung besonders dringlich ist.

Es sei nur noch eine Bemerkung über das Wesen und den Zweck der in meinem Institut in Gang befindlichen oder bereits ausgeführten Untersuchungen gestattet.

Das bei Beton und Eisenbeton vorherrschende Materialproblem suche ich mit den eigentlichen Aufgaben zu verankern. Eine Materialuntersuchung wie bei Stahl, Stein oder Holz, losgelöst von dem Konstruktionszweck, dürfte nicht immer befriedigen. Z. B. werden wir aus Materialuntersuchungen an Beton der gleichen Zusammensetzung des Bindemittels und der Zuschlagstoffe bei verschiedenen Wasserzusätzen folgern müssen, dass der Beton mit dem kleinsten Wasserzusatz der beste ist. Wenn man andererseits bedenkt, dass der Wasserzusatz durch die Verarbeitbarkeit in der Konstruktion bedingt wird, so folgt daraus, dass man mit Rücksicht auf die Gleichmässigkeit des Betons und auf die gute Umhüllung der Eiseneinlagen nur selten in der Lage sein wird, den durch blosser Materialuntersuchungen als besterkannten Beton zu verwenden. So wissen wir, dass man beim Giessen von Beton nach irgendeinem Verfahren niemals die Festigkeiten von plastisch oder erdfeucht verarbeitetem Material erwarten kann. Es ist aber wohl möglich, bei einwandfrei verarbeitetem Gussbeton andere wertvolle Eigenschaften zu erzielen, die man mit erdfeuchtem Material niemals erreichen wird.

In ähnlicher Weise könnte durch andere Beispiele gezeigt werden, dass es sich auch aus wirtschaftlichen Gründen nicht empfiehlt, die so wichtige Materialfrage bei Beton und Eisenbeton für sich allein zu studieren, ohne den Verwendungszweck zu berücksichtigen.

Fragen wir schliesslich nach dem Ziel der von mir dargelegten Untersuchungen, so lässt sich Folgendes sagen: Sie sollen die Möglichkeit geben, die Voraussetzungen und Grundlagen für den Entwurf von Bauwerken zu verbessern. Die in den letzten Jahren in verschiedenen Ländern ausgeführten Untersuchungen an grossen Bauwerken sind als Ergänzung oder Kontrolle von Laboratoriumsarbeiten zu empfehlen, können diese aber nicht ersetzen. Sie werden geeignet sein, die Richtigkeit üblicher Berechnungsmethoden nachzuprüfen, nicht aber sie zu verfeinern oder zu vereinfachen, wie dies bei systematischen Laboratoriumsuntersuchungen möglich ist, die den tatsächlichen Verhältnissen im Bauwerk Rechnung tragen.

HOCHWERTIGER STAHL FÜR DRUCKGLIEDER AUS EISENBETON

von

DR. ING. FRITZ EMPERGER

Dir. Tech. E. H.

Um hohe Druckfestigkeiten bei Säulen oder Bogenbrücken zu erzielen bediente man sich bisher eines entsprechend hochwertigen Betons (K_b) und einer entsprechend grossen Menge von Armaturen, ohne auf die Qualität des dabei verwendeten Stahles weiter Rücksicht zu nehmen. Die Mitwirkung der Längseisen (F_e) ist von der Stauchungsfähigkeit des Betons abhängig. Der Beton wird bei einer Zusammendrückung von 1 bis 1.5 mm auf den 1.0 m zerstört. Es entspricht dies einer Eisenspannung von der Höhe der Fließgrenze des gewöhnlichen Stahles, bei deren Erreichung die Armatur im Beton durch Ausknicken gleichzeitig mit dem Beton zerstört wird. Wollen wir eine höhere Stauchgrenze eines Stahles (K_e) bei der Zerstörung des Betons ausnützen so müssen wir dem Betonkörper eine grössere Stauchungsfähigkeit geben. Nachdem dieser Forderung nur ein umschnürter Betonquerschnitt entsprechen kann, so wollen wir nur diesen hier in Betracht ziehen. Bei gewöhnlichem nicht umschnürtem Eisenbeton hat dabei der Gebrauch von hochwertigem Stahl für Längseisen keine Berechtigung.

Die übliche Auffassung findet sich in der Formel verankert nach welcher die Bruchlast des umschnürten Querschnittes betragen soll.

$$P = K_b F_k + K_e F_e + \alpha K_b F_u$$

wobei wir mit K die Bruckspannung mit F den Querschnitt und das Zeichen b für Beton ¹⁾, e für Längseisen und u für Umschnürungseisen gebrauchen.

Aus dieser Formel leitet sich die allgemein übliche Gleichung für die zulässige Last ab wenn wir mit S die notwendige Sicherheit des Bauwerks bezeichnen.

$$\frac{P}{S} = \sigma_b F_k + n \sigma_b F_e + \alpha \sigma_b F_u$$

Bezüglich der Wirkung der Längseisen so entspricht der Gebrauch der Grösse $n = 10$ bis 15 den Verhältnissen zwischen Flusseisen und einer bestimmten Betonqualität.

Es ist ein Zufall dass diese Zahl auch mit dem Elastizitätsverhältnis unter

¹⁾ K bedeutet den umschnürten Kernquerschnitt des Betons.

zulässigen Lasten im Mittelwert übereinstimmt. Die tatsächlichen Spannungen kommen in der Gleichung welche eine Bruchgleichung ist nicht in Betracht. σ sind also nur rechnermässige Spannungsgrossen. Es ist im Säulenbau ganz allgemein nicht nur im Eisenbetonbau üblich die zulässige Last aus der Bruchlast abzuleiten, und bildet die unrichtige Auslegung ein besonders wichtiges Hindernis für die Verwendung des Stahls in Druckgliedern und eine richtige Ausnützung desselben.

Die übliche Berechnung mit $n=15$ gestattet eine hinreichende Ausnützung der Druckeisen nur mit hochwertigem Beton und der entsprechenden hohen zulässigen Inanspruchnahmen wie z.B. $15 \times 70 = 1050 \text{ kg/cm}^2$. Nun wird allgemein für den hochwertigen Beton wegen des Elastizitätsverhältnisses ein noch kleineres $n=10$ angewendet — diese Auffassung ist unrichtig. Bei einem noch weicheren Beton aber mit seiner viel grösseren Zusammendrückbarkeit welcher demnach die Ausnützung der Druckeisen ebenso gestattet ist ein noch grösseres n und eine noch verlässlichere Ausnutzung am Platz. Will man aber hochwertigen Stahl ausnützen so muss man den Beton umschnüren weil durch die Umschnürung die Stauchungsfähigkeit des Betons leicht verdreifacht und noch mehr werden kann. Wir sind also in der Lage innerhalb der Umschnürung nicht nur Stahl von 3800 kg/cm^2 wie er jetzt handelsüblich geworden ist, sondern auch noch weit druckfestere Kerne wie z.B. Gusseisen mit 6000 kg/cm^2 und mehr auszunützen.

Ein ähnliches weittragendes Hindernis bildet diese unrichtige Formel mit Bezug auf die Verwendung des Stahls zur Umschnürung, welche die Umschnürungswirkung ebenfalls in einer Verhältniszahl α von der Betonfestigkeit abhängig macht, als ob der Umschnürungsstahl aus Längseisen bestünde. Diese Verhältniszahl wird in Frankreich und England mit 15 bis 32, in Italien mit 20, in Oesterreich und den Nachfolgestaaten mit 30, in Deutschland mit 45 angegeben. Eine besonders komplizierte Vorschrift enthalten die belgischen Vorschriften. Nur die amerikanischen Regeln sind vollständig abweichend. Dieses Durcheinander der Auffassungen findet seine Erklärung wie diese Regeln entstanden sind. Der erste Vorschlag von Considère, der naturgemäss auch nicht ganz richtig ist, war aber auch der gesunden Grundlage der Zugfestigkeit der Umschnürung aufgebaut. Der französischen Kommission lagen ausser den eigenen Versuchen auch jene von Bach — Stuttgart und Guidi — Turin vor. Sie hat versucht eine alle Ergebnisse umfassende Regel aufzustellen, ohne zu bedenken dass Bach es sich zur Aufgabe gestellt hatte die Brauchbarkeit oder Umschnürung für den Bauplatz nachzuweisen. Er hatte diese Versuche absichtlich tunlichst ungleichmässig hergestellt. Seine Ergebnisse waren daher für die Auffindung eines Gesetzes gänzlich ungeeignet. Ein Vorschlag auf einer unrichtigen Regel aufgebaut ergab den Ausweg eines Koeffizienten von 18 bis 32, — Auf dieser Basis sind alle übrigen Regeln entstanden. Nur der deutsche Eisenbetonausschuss, welcher die Verhältnisse bei den Versuchen von Bach berücksichtigt hatte, hat es nun unternommen neue ungemein genaue Versuche auszuführen. Dieselben haben eine geradezu seltene Gleichmässigkeit ergeben und so zur Meinung geführt, als ob die Zahl $\alpha = 45$ wirklich ein brauchbares Gesetz darstellen würde. Man ist dabei nur in den ent-

gegengesetzten Fehler verfallen welcher bei der französischen Kommission massgebend war, man hat einen eng begrenzten Fall verallgemeinert. In welchem Masse die Regel selbst aber falsch ist, lässt sich durch eine übersichtliche Zusammenstellung aller einwandfreien Versuche mit umschnürten Säulen nachweisen, aus welchen hervorgeht dass diese Regel nur dann brauchbar wäre, wenn der Koeffizient α zwischen 15 und 150 schwankt. Ein Bericht des österr. Eisenbetonausschusses ¹⁾ versucht nun einen anderen weg zu gehen indem von der Betonqualität ganz abgesehen wird, und die Wirkung der Umschnürung von der Qualität des Umschnürungsdrahtes abhängig erscheint nach der Gleichung.

$$P = K_b F_k + K_e F_e + 2 K_u F_u \frac{P}{S} = \sigma_b F_k + \sigma_e F_e + 2 \sigma_u F_u$$

Diese Formel bedarf naturgemäss einer weitgehenden Überprüfung. Es ist dies zwar im erwähnten Bericht mit Hilfe des vorhandenen reichen Versuchsmaterials aus aller Welt bereits geschehen doch bedarf schon der vorgeschlagene Koeffizient von 2 weiteren Versuche unter den verschiedensten Verhältnissen. Wenn wir die prinzipielle Richtigkeit der Formel voraussetzen so eröffnet sie der Verwendung des hochwertigen Stahles ein neues Gebiet. Die Umschnürungswirkung wird von der Fliessgrenze des Umschnürungsdrahtes abhängig und erscheint dadurch als eine bestimmbar zuverlässliche Grösse. Wir sind in der Lage je nach Bedarf diese Wirkung mit der Verwendung eines festeren Stahls zu steigern, und wird die Preisfrage entscheidend, sein und ihr Verhältnis zu der Festigkeit des Stahls. Wir sind z.B. in der Lage mit einem Stahl von etwa 5000 kg Fliessgrenze mit der halben Menge des Umschnürungsdrahtes im Vergleiche mit gewöhnlichem Eisen von 2400 kg/cm² Fliessgrenze auszukommen. Bei den diesbezüglichen Versuchen ergab sich eine wichtige Einschränkung. Die Versuche des österr. Eisenbetonausschusses haben gezeigt, dass bei einer zu starken Spannung der Umschnürung der Draht in den Beton einschneidet und so seine Wirkung verloren geht. Wenn ein Stahldraht der Umschnürung bis zur Fliessgrenze K_u gespannt ist so bedeutet dieser Zustand die maximale Wirkung der Umschnürung, die während der weiteren Dehnung des Drahtes bis einer Bruch anhält, wenn wir mit K_q den Querdruk für cm² des Drahtdurchmessers bezeichnen, welchen der Stahldraht auf den Beton ausübt, so ergibt sich die folgende Gleichung zur Kennzeichnung der Verhältnisse in der so gespannten Umschnürung.

$$Z = \frac{\pi \delta^2}{4} K_u = \sigma_d K_q$$

Der Druck unter der Umschnürung demnach $K_q = \frac{\pi \delta}{4d} K_u$

Der Beton muss fest genug sein um diese Scherkraft aufzunehmen sonst kommt die Festigkeit des Drahtes nicht zur Geltung.

Wir sind also nicht im Stande die Festigkeit des Umschnürungsdrahtes beliebig zu steigern, sondern diese Steigerung ist begrenzt durch die Qualität des Betons

¹⁾ Heft 11 der Berichte 1927, Verlag Deuticke, Leipzig.

und nur in dieser Hinsicht macht sich die Qualität des Betons geltend. Die Scherfestigkeit des Betons ist natürlicherweise abhängig von der Form der Umschnürung und wird eine bandartige Umschnürung wirksamer sein, ein besonders dünner Draht wird sich leichter einschneiden. Diese Verhältnisse verlangen eine weitere experimentelle Untersuchung, von welcher jedoch gesagt werden soll, dass sie bei Verwendung eines hochwertigen Betons und der üblichen Stahlsorten nicht in Betracht kommt, und nur Grenzfälle beeinflusst.

Die beiden hier kurz gestreiften Gebiete der Verwendung des Stahls für die Umschnürung und Längsarmierung erlauben einen gemeinsamen Ausbau auf einem bisher nicht beachteten Grenzgebiete des Eisenbaues. Die Verwendung von hochwertigem Stahl ergibt die wirtschaftliche Erschwernis einer kostspieligen Vernietung wie sie nötig wird wenn man die Druckquerschnitte von grossem Trägkeitsradius herstellen will. Eine umfangreiche Ausbildung des Druckquerschnittes ist bei Säulen nötig sei es aus konstruktiven Gründen sei es um die Knickempfindlichkeit herabzusetzen, sie ist aber auch im Bogen nötig um die Abweichungen der Drucklinie von der Achse innerhalb der erlaubten Grenzen zu erhalten. Je weiter man nun die einzelnen Walzquerschnitte von einander anzuordnen genötigt ist, die zu einem statischen Ganzen verbunden werden sollen, umso kostspieliger wird die Vernietung, umsomehr geht Material zur Vergitterung und Querverbindung verloren, welches statisch nicht mitwirkt. Hier gibt nun die Einbetonierung und die Umschnürung die Möglichkeit eines Ersatzes. Wir sind in der Lage die Stahlquerschnitte mit einer ganz leichten Verbindung zu versehen, und finden in dem umschnürten Beton einen Ersatz welcher statisch mitwirkt. Es ergibt sich damit ein ganz neues Konstruktionssystem für die Druckglieder des Eisenbaues, wobei bemerkt werden soll dass die Steifigkeit solcher Druckglieder eine weit grössere ist, und als ihr einziger Nachteil ein grösseres Eigengewicht vermerkt werden soll ¹⁾.

Wir wollen schliesslich einen Punkt noch dieser aufgeworfenen Frage hervorheben, dieser betrifft die Wirkung der Umschnürung unter der exzentrischen Lasten. Leider haben aber auch in dieser Hinsicht die Vorschriften in wenig erfreulicher Weise eingegriffen. Sowie seinerzeit in 1901 die Eisenbetonsäule kurzerhand von der Baupolizei in Frankfurt verboten wurde nur weil sie noch nicht bekannt war, so genügt auch hier die Unkenntnis um den Gesetzgeber zu veranlassen zu erklären dass die Umschnürung unter der exzentrischen Kraft nicht wirkt, oder aber wie es in der neuen deutschen Vorschrift stilisiert ist, nur eine Vergrösserung der wirksamen Fläche nicht aber eine Vergrösserung des dazu gehörigen Trägheitsmoments zu gestatten. Es ist gewiss schwer sich vorzustellen, wie eine Umschnürung eine Vergrösserung der Fläche hervorbringen kann. Aber daran scheint man sich gewöhnt zu haben. Als man jedoch auch logischer Weise das Trägheitsmoment vergrössern musste hat man kurzer Hand nein gesagt, und übersehen dass beides unrichtig ist. Nicht die Fläche, nicht das Trägheitsmoment wird grösser, sondern durch die Umschnürung wird die Randspannung erhöht, und

¹⁾ Siehe Gewappend Beton Nr. 1. 1927.

um dieser Vergrößerung der Randspannung Rechnung zu tragen, *muss man sowohl Fläche wie Trägheitsmoment vergrößern*. Die Zahl der diesbezüglichen Versuche ist eine äusserst geringe. Andere als die von mir ausgeführten Versuche ¹⁾ sind mir nicht bekannt. Es ist daher ziemlich kühn auf dieselben Schlussfolgerungen aufzubauen. Ich kann aber trotzdem sagen dass die Wirkung der Umschnürung unter einer exzentrischen Last eine viel verlässlichere und wahrscheinlich auch eine grössere als unter einer zentrischen ist. Diese Behauptung erklärt sich damit dass die Umschnürung unter einer exzentrischen Last nur einseitig gespannt ist, und daher der Draht die Möglichkeit hat, seine Dehnungen weiterzugeben, und viel besser und gleichmässiger zu wirken, als wenn man eine gleichmässige Wirkung auf den ganzen Umfang von ihm verlangt. Ich glaube daher dass es notwendig ist, auch durch Versuche die Wirkung der Umschnürung bei exzentrischen Last und bei Biegung festzustellen, und dass dieses Gebiet noch eine ganze Reihe von weiteren Entwicklungsmöglichkeiten enthält, welche zum Nutzen des Eisenbetons und des Eisenbaues ausgebaut werden können.

¹⁾ 1. für die Hindenburgbrücke-Breslau und die Spreebrücke Preptow an der technischen Hochschule in Dresden Siehe Beton und Eisen, 1916, S. 225 und 1917, S. 16.

2. Für die Traunfallbrücks-Gmunden an der techn. Hochschule in Wien Beton und Eisen 1926, S. 54 und mehrere f. d. Wiener Magistrat ausgeführte Versuche.

3. Diverse private Versuche des Autors noch nicht veröffentlicht.

DRUCKBEANSPRUCHUNG BEI BIEGUNG

von

ROBERT MAILLART

Versuche, schon zwanzig Jahre alt, dürfen sich kaum mehr ans Tageslicht wagen. Indes scheint es, dass in der Beurteilung der Kriterien betreffend die Sicherheit von Eisenbetonkonstruktionen eine gewisse Einseitigkeit auftritt, welche die vorliegenden Versuche mit Bimsbetonbalken zu beleuchten geeignet sind.

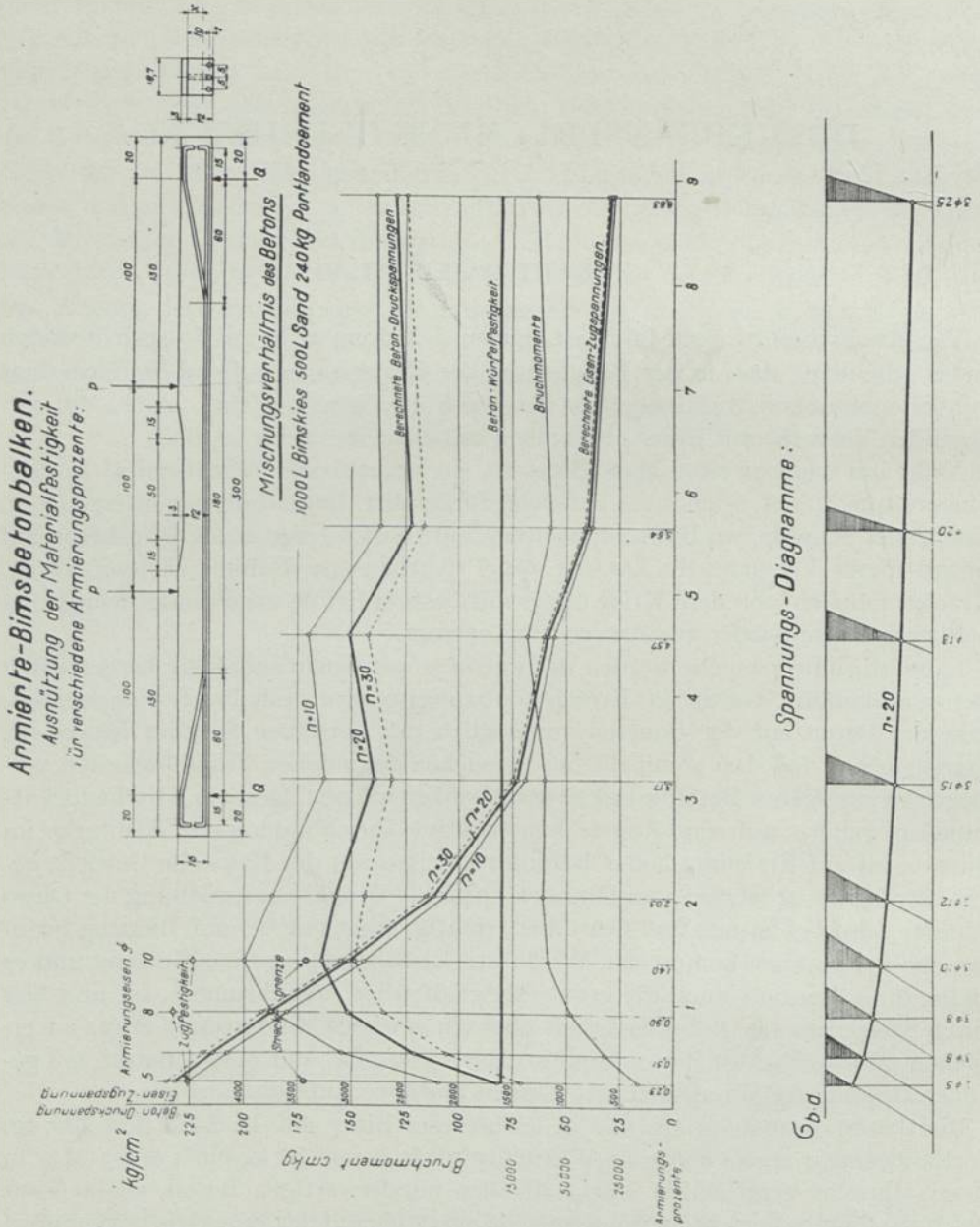
Nicht um nachzuweisen, dass Bims oft ein brauchbarer Zuschlagstoff zur Betonbereitung bildet, seien diese Versuche vorgeführt. Immerhin mag interessieren, dass in der Schweiz, wo Bims von weither zugeführt werden muss, Bimsbeton auf Grund dieser Versuche für Decken von Privathäusern, Banken, Universitäten, Krankenhäusern vor dem Krieg öfters mit bestem Erfolg angewendet worden ist und auch heute wieder zur Anwendung gelangt.

Laboratoriumsversuche werden naturgemäss mit einem sorgfältig hergestellten Beton ausgeführt. Gegen die Eisenbetonbauweise wird deshalb oft eingewendet, dass der Beton auf der Baustelle unmöglich mit derselben Sorgfalt hergestellt werden könne und dass somit die bei Versuchen gefundenen Tragfähigkeiten vermöge der geringeren Betonfestigkeit stark sinken müssen. Deshalb wird heute entschieden weniger auf sorgfältigste konstruktive Durchbildung der Bauwerke im Bureau, als auf Erzielung hoher Betonfestigkeiten auf der Baustelle Gewicht gelegt. Zweifellos ist letzteres im Hinblick auf reine Druckbeanspruchung der Querschnitte, also bei Säulen und Gewölben, richtig. Aber nur bei auf Biegung beanspruchten Bauteilen kommt das Wesen des Eisenbetons voll zur Geltung und es bilden diese Bauteile auch die grosse Mehrzahl aller Ausführungen. Ist nun hier durch Steigerung der Betonfestigkeit über ein gewisses Mindestmass etwas zu erreichen und welches ist dieses Mindestmass? Versuche, mit einem Beton von geringer Druckfestigkeit ausgeführt, können hierüber Aufschluss geben.

Bimsbeton, bestehend aus 800 L. leichtestem Bims, 400 L. Sand und 200 kg. Portlandcement ergab konstant Würfelfestigkeiten von 80 kg/cm^2 ; er ist also in dieser Hinsicht vergleichbar einem ziemlich minderwertigen Beton, wie er etwa durch das Zusammenwirken ungünstiger Umstände auf der Baustelle vorkommen mag. Aus den Durchbiegungen konnte der Elastizitätsmodul zu 80000 kg/cm^2 ermittelt werden, also n zu ungefähr 25. Wie verhält sich nun solcher Beton mit

Hinblick auf Bruchbelastung bei stark wechselnder Armierungsstärke im Falle reiner Biegung?

Es kamen lange Balken mit im Mittelteil verjüngtem Querschnitt zur Ver-



wendung, so dass der örtlich störende Einfluss der Lasteinwirkung ausgeschaltet war. Die Armierung bestand aus zwei bis drei Rundeseisen und betrug 0,23 bis 8,8%

des Nutzquerschnittes. Es wurden — mit Ausnahme eines einzigen Falles — je zwei gleiche Balken erprobt und es zeigen die Kurven das Mittel aus beiden Proben, die nicht sehr erheblich von einander abweichen. Stücke der besonders interessierenden Armierungseisen wurden geprüft und ergaben verhältnismässig hohe Festigkeiten und Streckgrenzen.

Betrachten wir zunächst die Grösse der den Bruch bedingenden Momente. Die Curve steigt rasch an, immerhin nicht proportional zur Stärke der Armierung, um dann in eine Horizontale überzugehen. Man erkennt also deutlich, inwiefern die Vermehrung der Armierung die Tragfähigkeit erhöht. Erst nach dem Armierungssatz von 0,90% wird die Curve flacher. Diese Armierungsstärke bezeichnet aber schon die obere Grenze der Wirtschaftlichkeit.

Die dem Bruchmoment entsprechenden Spannungen wurden berechnet für $n = 10, 20$ und 30 . Es zeigt sich, dass die berechneten Werte auch bei Annahme eines grossen n die Würfel Festigkeit sehr wesentlich und zwar bis 100% überschreiten. Die Curve der Zugbeanspruchungen im Eisen erreicht bei 0,23% Armierung genau die Zugfestigkeit des Eisens. Bei 0,90% berührt sie dem Wert der Streckgrenze um nachher tiefer und tiefer zu sinken. Beim Beton zeigt sich Ansteigen bis zu einem Maximum in der Nähe von 1,4% und nachheriges Sinken.

Bei 0,23% konstatieren wir das Eisen als direkte und einzige Bruchursache, unter voller Ausnützung seiner Zugfestigkeit; die durch die einsetzende Streckung des Eisens bedingte Verminderung der Druckfläche des Betons genügt bei diesem schwach armierten Balken nicht, um das Zerdrücken des Betons einzuleiten.

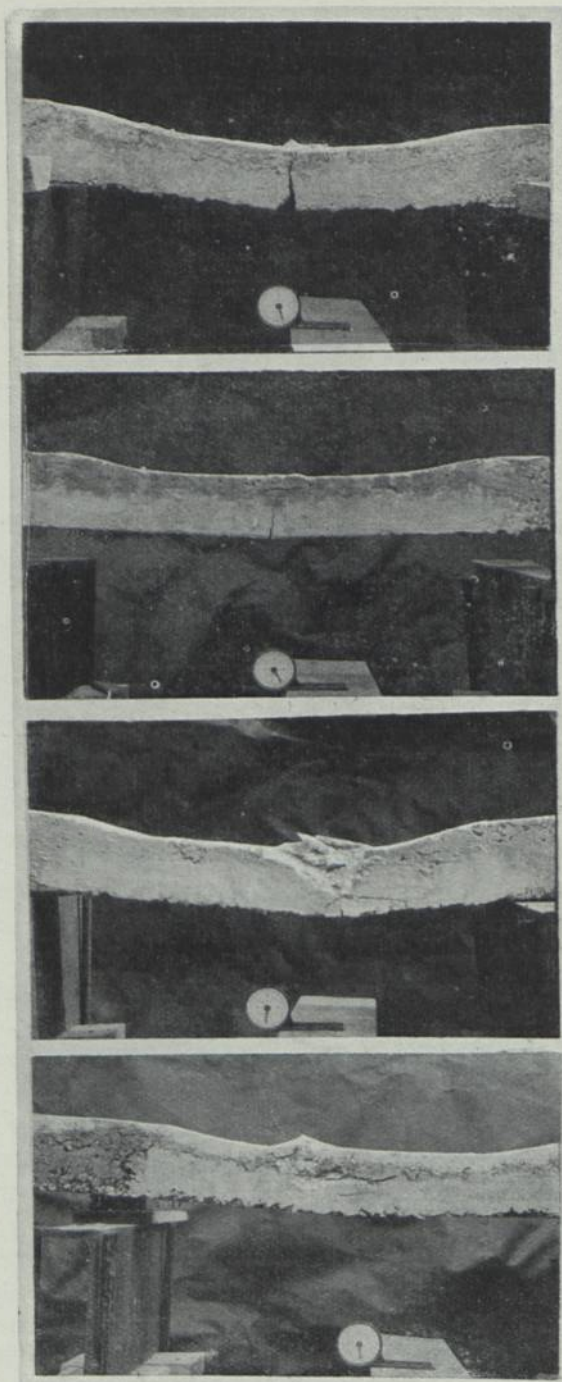
Auch bei 0,5% gibt der Beton erst nach dem Eisen nach, doch findet die Zerdrückung des Betons bei einer Eisenspannung statt, die zwischen Streckgrenze und Zugfestigkeit liegt.

Bei 0,90% dürfte das Versagen des Balkens immer noch am Eisen liegen, doch wird gleich bei Beginn der Streckung die Druckzone des Betons derart vermindert, dass die Zerdrückung des Betons mit der Erreichung der Streckgrenze zusammenfällt.

Bei stärkeren Armierungen wird die Streckgrenze im Eisen nicht mehr erreicht; der Beton ist die Bruchursache.

Die Bruchbilder bestätigen das Gesagte. Bei 0,23% ein stark aufklaffender Riss und Druckzerstörung einer ganz schmalen Zone als Folge dieses Aufklaffens; bei 0,51% ist der Riss schon bedeutend kleiner, also das Streckmass geringer; bei 0,90% ist eine Streckung des Eisens nicht mehr zu erkennen; bei stärkeren Armierungen Zerdrückung des Betons bis gegen die Armierung hinunter, wobei sogar das Nichtvorhandensein von Zugrissen konstatiert werden kann.

Welches Aussehen hätte nun unter sonst gleichen Umständen die Kurve der Bruchmomente, wenn ein Beton von höherer Festigkeit zur Anwendung gekommen wäre? Bis 0,24% wäre sie bestimmt dieselbe und bis 1% könnte sie höchstens um soviel höher verlaufen, als die Festigkeit des Eisens die Streckgrenze überschreitet. Es wäre interessant zu untersuchen, ob man einen Betonbalken aus hochwertigem Beton so konstruieren kann, dass die Festigkeit des Eisens auch bei



schwach armiert 0,23 %

mittelstark armiert 0,51 %

stark armiert 0,90 %

sehr stark armiert 1,40 %

ABB. 2. Armierte Bimsbetonbalken. — Brucherscheinungen

üblicher Armierungsstärke voll ausgenützt wird, wie es hier mit 0,23 % Armierung der Fall war. Die bisherigen Versuche zeigen bestenfalls eine mässige Ueberschreitung der Streckgrenze, so dass diese als massgebend für die Sicherheit angesehen wird. In den üblichen Armierungsgrenzen bringt also die Verwendung eines hochwertigen Betons keine wesentliche Erhöhung der Biegezugfestigkeit hervor.

Es scheint mir demnach, dass man mit der Forderung an Qualitätsbeton bei gewöhnlichen Hochbauten zurückhalten kann, da hier die Wirtschaftlichkeit der massgebende Faktor ist und alle Forderungen nach feineren Sortierungen, Hertransport von besserem Material aus grösserer Entfernung, täglichen Proben u. s. w. die Bauten nicht unerheblich verteuern. Eine sachgemässe, nach praktischen Rücksichten waltende Aufsicht kann bei solchen Bauten genügen.

Beton hoher Festigkeit, der bekanntlich an hellem Klang kenntlich ist, hat im Wohnungsbau den empfindlichen Nachteil ein ausgezeichneter Schallträger zu sein. Die Festigkeit verlangt ein Minimum von Poren, die Schalldämpfung ein Maximum. Der grosse Elastizitätsmodul sehr festen Betons bedingt ferner eine grosse Empfindlichkeit gegenüber kleinen Maueransetzungen, so dass die vorgesehenen Einspannungsverhältnisse sich eher verändern als bei schwächerem Beton.

Wenn gesagt wird, im Projektierungsbureau sei man heute der Vollkommenheit nahe und das Hauptaugenmerk sei nun auf die Verbesserung der Betonqualität zu richten, so muss man dem entgegen treten. Gewiss wird die Sicherheit heute noch viel mehr durch ungeschicktes Konstruieren gefährdet, als durch Fehler auf der Baustelle und wenn mehr Bruchbelastungsproben an zusammengesetzten Eisenbetonkonstruktionen oder Modellen vorgenommen würden, so dürfte es sich zeigen, dass ein Zerdrücken des Betons erst eintritt, nachdem die Armierung nachgegeben hat und dass die vorausgesetzte Ausnützung dieser bis zur Streckgrenze wegen konstruktiver Mängel oft nicht gewährleistet ist.

Der grosse Wert der Untersuchungen über Betonfestigkeit und der Prüfungsmethoden soll damit nicht bestritten werden; sie ermöglichen uns erst, stets kühnere Bauwerke zu planen. Indes ist, wie bei vielen ähnlichen Fällen, die unmittelbare Übertragung des theoretisch gewonnenen in die laufende Praxis mit Vorsicht zu handhaben.

Genf, den 7. September 1927.

COMPRESSION SIMPLE ET FLAMBEMENT DES PILIERS EN BÉTON ARMÉ

par

LOUIS BAES

ingénieur, professeur à l'Université de Bruxelles

et

LUCIEN VANDEPERRE

ingénieur, docteur spécial, assistant à l'Université de Bruxelles

1. *But de l'étude:*

Pour des piliers droits, armés longitudinalement, non frettés, donner la charge de destruction par écrasement ou par flambement, en se basant sur les caractéristiques de l'essai de compression d'un prisme en béton non armé. Comparer la formule de flambement qui sera obtenue aux formules couramment employées.

2. *Notations.*

σ_b' pression quelconque sur le béton,

δ_b' contraction longitudinale correspondante.

E'_b module de déformation longitudinale,

E'_o valeur de E'_b à l'origine,

E'_r valeur de E'_b à la rupture,

σ'_{er} pression d'écrasement sur cube,

σ'_{br} pression d'écrasement sur prisme,

σ'_a pression quelconque sur acier,

E'_a module de déformation longitudinale de l'acier,

m rapport des pressions $\frac{\sigma'_a}{\sigma'_b}$ à même contraction,

m' rapport des modules de déformation $\frac{E'_a}{E'_b}$ à même contraction,

N_r charge d'écrasement du prisme en béton armé,

N_F charge de flambement du prisme en béton armé,

σ'_{bF} pression de flambement du béton du prisme en béton armé,

σ'_{mF} pression moyenne de flambement du prisme en béton armé, rapportée à la section totale réelle du prisme.

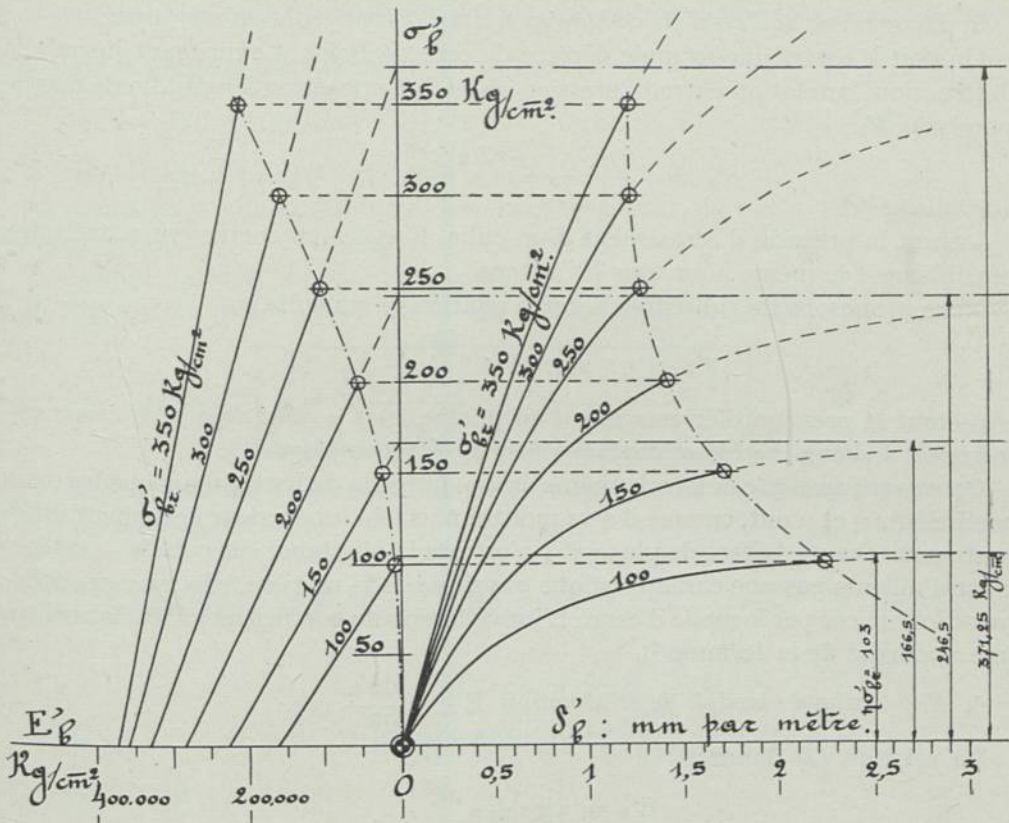


FIGURE 1

Diagrammes relatifs aux bétons de ciment Portland artificiel. (σ'_{br} pression d'écrasement sur prisme).

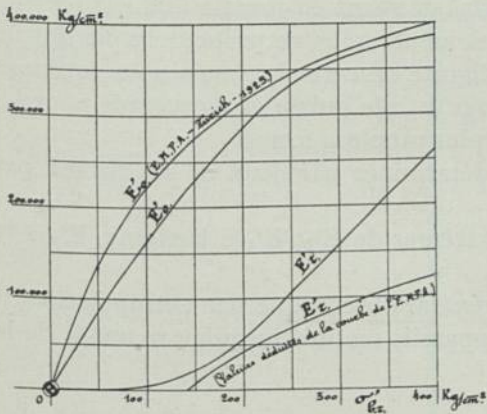


FIGURE 2

Lois de E'_o et E'_r en fonction de σ'_{br} .

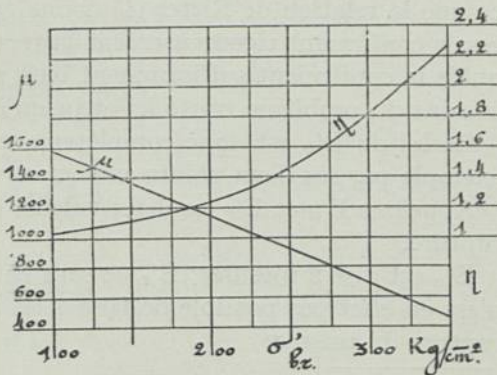


FIGURE 2bis

$$\mu = \frac{E'_o - E'_r}{\sigma'_{br}}, \quad \eta = \frac{E'_o}{E'_o - E'_r}$$

3. Diagramme de l'essai de compression d'un prisme en béton non armé:

On doit à Ritter une formule dérivée de celle de Bach et exprimant jusqu'à la destruction, la relation entre la pression σ'_b et la contraction longitudinale correspondante δ'_b :

$$\sigma'_b = \sigma'_{cr} \left(1 - e^{-K\delta'_b} \right) \quad (1) \quad ^1)$$

σ'_{cr} étant la pression d'écrasement d'un cube, K étant un coefficient numérique, sensiblement le même pour tous les bétons.

Nous proposons de substituer à cette relation la suivante:

$$\sigma'_b = \eta \sigma'_{br} \left(1 - e^{-\mu\delta'_b} \right) \quad (2)$$

σ'_{br} étant la pression d'écrasement d'un prisme, η et μ étant deux coefficients numériques à déterminer pour chaque nature de béton employé.

On remarquera que la loi a la même allure que celle de Ritter mais que les deux coefficients η et μ ont, comme il sera montré plus loin, une valeur nettement différente pour chaque béton, de plus $\eta\sigma'_{br}$ n'est pas la résistance sur cube σ'_{cr} , celle-ci n'est d'ailleurs pas une caractéristique physique de la matière, elle est essentiellement influencée par le mode d'essai. L'introduction du coefficient η fait disparaître une anomalie de la formule ²⁾.

4. Expression du module de déformation $E'_b = \frac{d\sigma'_b}{d\delta'_b}$.

La relation (2) donne:

$$E'_b = \eta \mu \sigma'_{br} e^{-\mu\delta'_b}$$

ou encore:

$$E'_b = \mu (\eta \sigma'_{br} - \sigma'_b) \quad (3)$$

Le module de déformation varie donc linéairement en fonction de la pression, ce que la relation de Ritter (1) donne également; nous ne prétendons pas que les essais confirment rigoureusement la rectilignité de cette loi, mais nous estimons qu'ils la confirment suffisamment bien pour qu'elle puisse être acceptée pour les besoins du problème traité ici et jusqu'à plus ample informé.

La loi du E'_b est donc complètement déterminée par deux de ses points, par exemple par ses deux points extrêmes.

Appelons E'_o et E'_r les deux valeurs extrêmes de E'_b , E'_o à l'origine, E'_r à la rupture.

E'_o est aisé à mesurer, E'_r ne sera en général obtenu que par extrapolation, il n'est en effet pas possible de laisser les appareils montés jusqu'au moment de la rupture du prisme.

¹⁾ W. Ritter, Schweizerische Bauzeitung, 1899.

²⁾ Nous ne prétendons pas que la formule de Ritter ainsi modifiée représente tout-à-fait fidèlement le phénomène, mais nous l'acceptons jusqu'à plus ample informé; elle offre l'avantage de permettre une discussion du phénomène du flambement, discussion dont les conclusions générales resteraient acquises même si on partait d'une loi nouvelle retouchant celle de Ritter.

Ainsi, si l'on mesure ou calcule le E'_n au moment où la pression atteint la fraction $\frac{1}{n}$ de la pression d'écrasement, on aura :

$$E'_r = E'_o - n (E'_o - E'_n), \quad E'_o - E'_r = n (E'_o - E'_n)$$

5. *Expression des deux coefficients η et μ :*

La connaissance de E'_o et de E'_r lève la connaissance de η et μ , l'expression (3) donne en effet :

A l'origine, pour $\sigma'_b = 0$, $E'_o = \mu \eta \sigma'_{br}$
 à la rupture du prisme, pour $\sigma'_b = \sigma'_{br}$, $E'_r = \mu (\eta - 1) \sigma'_{br}$.

Donc:
$$\mu = \frac{E'_o - E'_r}{\sigma'_{br}}, \quad \eta = \frac{E'_o}{E'_o - E'_r} \quad (4)$$

6. *Rapport m entre les pressions sur acier et sur béton, à même contraction :*

L'équation (2) donne :

$$e^{-\mu \delta'_b} = 1 - \frac{\sigma'_b}{\eta \sigma'_{br}} \quad \text{donc} \quad \delta'_b = \frac{1}{\mu} \text{Log} \left(\frac{1}{1 - \frac{\sigma'_b}{\eta \sigma'_{br}}} \right) \quad (5)$$

$$\text{d'où} \quad m = \frac{E'_a}{\mu \sigma'_b} \text{Log} \left(\frac{1}{1 - \frac{\sigma'_b}{\eta \sigma'_{br}}} \right) \quad (6)$$

et en particulier à la rupture :

$$m_r = \frac{E'_a}{\mu \sigma'_{br}} \text{Log} \left(\frac{1}{1 - \frac{1}{\eta}} \right).$$

7. *Rapport m' entre les modules de déformation de l'acier et du béton, à même contraction :*

$$m' = \frac{E'_a}{E'_b} = \frac{E'_a}{\mu (\eta \sigma'_{br} - \sigma'_b)} \quad (7)$$

On a donc

$$\frac{m'}{m} = \frac{\sigma'_b j}{\eta \sigma'_{br} \text{Log} j} \quad (8)$$

avec

$$j = \frac{1}{1 - \frac{\sigma'_b}{\eta \sigma'_{br}}}$$

8. *Signification de $\eta \sigma'_{br}$:*

L'équation (2) montre que pour

$\sigma'_b = \eta \sigma'_{br}$, $e^{-\mu \delta'_b} = 0$ ou $\delta'_b = \infty$, à ce moment E'_b serait nul.

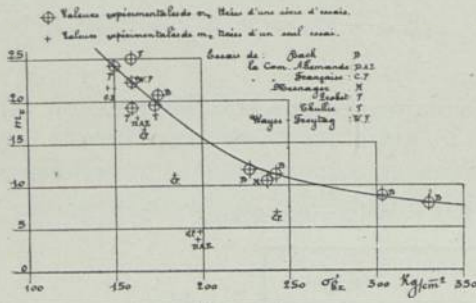


FIGURE 3

m_r en fonction de σ'_{br} (d'après les essais).

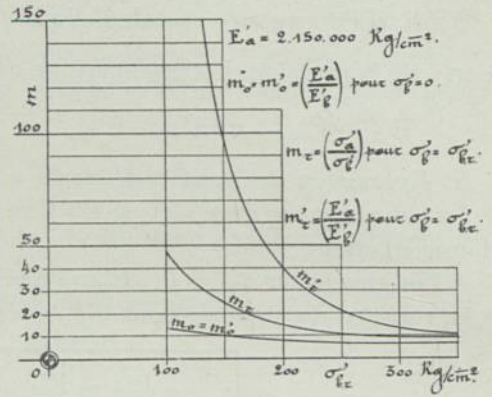


FIGURE 4

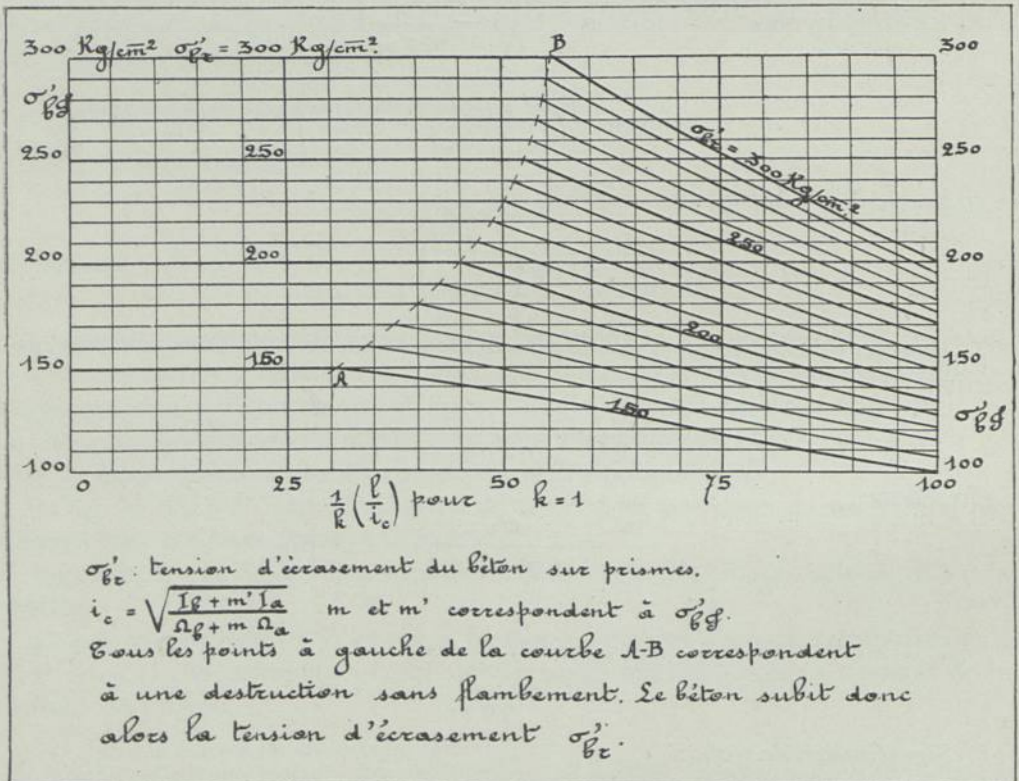


FIGURE 5

La courbe représentée par (2) est donc asymptote à la droite à niveau $\eta\sigma'_{br}$.

$\eta\sigma'_{br}$ n'est donc pas la pression d'écrasement sur cube, qui n'est d'ailleurs pas une caractéristique physique, c'est la pression maximum correspondante à la loi (2), en supposant que celle-ci se poursuive indéfiniment au-delà de la rupture.

9. *Variation des divers éléments considérés jusqu'ici:*

Les diverses figures ci-jointes montrent d'après l'analyse détaillée des essais connus la variation des éléments du problème: la figure I montre à droite les diagrammes moyens de la pression σ'_b en fonction de δ'_b pour plusieurs natures de béton, en acceptant la loi de Ritter modifiée par l'introduction du coefficient η ; on voit très nettement la signification de $\eta\sigma'_{br}$, on voit aussi que le coefficient η est variable avec la qualité du béton (ce qui ne se révèle évidemment pas par la relation de Ritter).

La partie de gauche de la figure I donne la loi de E'_b pour les divers bétons, en admettant la loi linéaire.

La figure 2 montre la loi de E'_o à l'origine et de E'_r de rupture, en fonction du σ'_{br} sur prisme, elle donne aussi la loi de variation des deux coefficients η et μ ¹⁾.

La figure 3 montre la variation du rapport m_r à la rupture, en fonction de σ'_{br} sur prisme, elle révèle des valeurs atteignant 25.

Sur cette figure sont pointés des résultats d'essais empruntés notamment aux séries de MM. Bach, Probst, Mesnager, Thullie, Wayss et Freytag.

La figure 4 donne la variation de m_o et m'_o , à l'origine et de m_r et m'_r à la rupture, en fonction de σ'_{br} sur prisme.

10. *Charge d'écrasement N_r d'un pilier armé, non en danger de flambement:*

Il résulte de ce qui précède que:

$$N_r = \sigma'_{br} (\Omega_b + m_r \Omega_a) \tag{9}$$

$$= \sigma'_{br} \Omega_t \left(1 + (m_r - 1) \frac{\lambda}{100} \right), \text{ avec } \Omega_t = \Omega_b + \Omega_a, \lambda \text{ étant le \% d'armature}$$

longitudinale

avec

$$m_r = \frac{E'_a}{\mu \sigma'_{br}} \text{Log} \left(\frac{1}{1 - \frac{1}{\eta}} \right)$$

Cette expression de N_r est contrôlée par le fait que celle de m_r est contrôlée, comme le montre la figure 3.

Il est bien entendu que cette expression suppose qu'aucune circonstance perturbatrice ne vient influencer la charge de rupture, notamment qu'il n'y a pas de flambement individuel des armatures, entre ligatures, ou d'écrasement prématuré aux extrémités du prisme.

(L'étude de ces circonstances sort du cadre de la présente communication).

¹⁾ La figure 2 montre aussi la comparaison du E'_o et du E'_r conclus de notre analyse avec la loi de E'_o adoptée par E.M.P.A. en 1925, et la loi de E'_r qui en résulterait, voir: „Die Druckelastizität des Mörtels und Betons”, Dr. Ing Roß, Zurich, 1925.

11. *Flambement du pilier armé, non fretté:*

Pour les prismes homogènes, nous considérons comme acquis, à la suite des études de Considère, Engesser, von Kármán et des récentes études expérimentales de MM. Roš et Gehler que la charge de flambement des pièces droites chargées de bout est exprimée, dans toute limite, par la formule d'Euler généralisée:

$$N_F = \frac{\pi^2 FI}{\left(\frac{l}{k}\right)^2} \text{ ou } \sigma'_F = \frac{N_F}{\Omega} = \frac{\pi^2 F}{\left(\frac{l}{k i}\right)^2} \quad (10)$$

I moment d'inertie par rapport à l'axe central normal au plan dans lequel flambe la pièce,

i rayon d'inertie correspondant,

l longueur de la pièce,

k coefficient tenant compte des circonstances d'extrémité ou de liaisons extérieures, F une fonction, que nous appellerons le module de flambement, qui n'est autre

que le module d'élasticité pour les élancements $\frac{l}{k i}$ suffisamment grands,

F est, d'une manière générale, à rechercher d'après les considérations émises notamment par Considère, Engesser, von Kármán.

Nous considérons que pour une matière dans le genre des bétons de ciment, le module de flambement peut être pris tout simplement égal au module de déformation $E'_b = \frac{d\sigma'_b}{d\delta'_b}$, alors que pour l'acier il n'en est pas ainsi.

Cette loi est acceptable dans notre étude si son degré d'imperfection est notablement moindre que les écarts relatifs expérimentaux se produisant dans une même série d'essais; elle ne peut d'ailleurs donner qu'une charge un peu plus faible que la charge de flambement, l'approximation est donc du côté de la sécurité.

Cela étant, nous remarquons que, dans ces circonstances, la charge de flambement d'un pilier en béton armé est la somme des charges de flambement de la partie béton et de la partie acier dont il est constitué. Cette remarque est intéressante à relever.

$$N_F = \frac{\pi^2 E'_b}{\left(\frac{l}{k}\right)^2} (I_b + m' I_a) = \frac{\pi^2 E'_b}{\left(\frac{l}{k}\right)^2} I_c,$$

or
$$N_F = \sigma'_{bF} (\Omega_b + m\Omega_a) = \sigma'_{bF} \Omega_c,$$

avec
$$\begin{cases} I_c = I_b + m' I_a \\ \Omega_c = \Omega_b + m\Omega_a \end{cases} \text{ et } m' \neq m.$$

I_c et Ω_c seront appelés moment d'inertie et section de comparaison.

Donc la pression de flambement subie par le béton est:

$$\sigma'_{bF} = \frac{\pi^2 E'_b}{\left(\frac{l}{k i_c}\right)^2} \quad (11)$$

Inversement l'élanement qui correspond à telle pression de flambement est :

$$\frac{1}{k} \frac{1}{i_c} = \pi \sqrt{\frac{E'_b}{\sigma'_{bF}}} \quad (11')$$

Le rayon d'inertie de comparaison étant

$$i_c = \sqrt{\frac{I_c}{\Omega_c}}, \text{ est donc fonction de la forme de la section mais aussi de la}$$

pression de flambement σ'_{bF} .

On a donc

$$\sigma'_{bF} = \frac{\pi^2 \mu (\eta \sigma'_{br} - \sigma'_{bF})}{\left(\frac{1}{k} \frac{1}{i_c}\right)^2}$$

d'où :

$$\sigma'_{bF} = \frac{\eta \sigma'_{br}}{1 + \frac{1}{\pi^2 \mu} \left(\frac{1}{k} \frac{1}{i_c}\right)^2} \quad (12)$$

l'élanement correspondant à telle pression de flambement σ'_{bF} est

$$\frac{1}{k} \frac{1}{i_c} = \pi \sqrt{\mu \left(\eta \frac{\sigma'_{br}}{\sigma'_{bF}} - 1 \right)} \quad (12')$$

On voit que l'équation (12) n'est autre qu'une loi Rankinienne comme il a déjà été montré par divers auteurs qui ont utilisé l'équation de Ritter.

L'intérêt de l'expression (12) est que l'on a nettement la signification des coefficients numériques à introduire dans l'équation rankinienne, pour *chaque qualité* de béton.

Cette expression montre en outre, ce que ne donnent pas les formes rankiniennes habituellement utilisées et qui semblent n'être établies que par analogie, que pour chaque qualité de béton il y a une limite d'élanement $\frac{1}{k} \frac{1}{i_c}$ sous laquelle il n'est plus question de flambement.

Quand on y réfléchit cela est d'ailleurs évident dès que l'on admet la loi d'Engesser ou une analogue.

Cette limite correspond à

$$\sigma'_{bF} = \sigma'_{br} \text{ sur prisme.}$$

Il n'y a donc danger de flambement que si

$$\frac{1}{k} \frac{1}{i_c} \geq \pi \sqrt{\mu (\eta - 1)} \quad (13)$$

En-dessous de cette limite, il y a écrasement sans flambement, ce que confirment les essais et la pratique courante.

Nombreux sont les piliers qui sont en-deçà de cette limite, la loi rankinienne se termine à cet élancement et le diagramme de la pression de destruction se complète par une horizontale (figure 5, 6), contrairement à ce que l'on indique habituellement.

12. Pour appliquer les formules (12), (12') et (13), le mieux est de pointer à la figure 2 la valeur des coefficients η et μ du cas étudié.

Cependant pour faciliter l'application nous indiquons que ces deux coefficients varient sensiblement en fonction de la résistance σ'_{br} sur prisme suivant les relations:

$$\eta = 1 + \sqrt{\frac{223}{100.000} \sigma'_{br} - 0,322} \quad (14)$$

$$\mu = 1.575 - 4,42 (\sigma'_{br} - 100) = 2.017 - 4,42 \sigma'_{br} \quad (15)$$

et cela dans les limites du contrôle, donc pour $100 \leq \sigma'_{br} \leq 300$.

13. Abaques.

L'emploi des formules (12), (12'), (13) est beaucoup facilité si on les traduit en abaques cartésiens par exemple.

La figure 5 donne les courbes cotées chacune en valeur de la résistance σ'_{br} du béton sur prisme; en abscisse est porté le rapport d'élancement $\frac{1}{k} \frac{1}{i_c}$, en ordonnée la valeur de la pression de flambement sur béton σ'_{bf} .

Pour les élancements pour lesquels il n'est plus question de flambement les courbes sont remplacées par l'horizontale au niveau de σ'_{br} , résistance sur prisme.

Dans le cas particulier d'un pilier non armé, les formules (12) (12'), (13) sont applicables, le rayon d'inertie est simplement

$$i = \sqrt{\frac{I_b}{\Omega_b}}$$

14. Abaques pour les piliers de section carrée.

L'application des formules (12), (12'), (13) présente une difficulté du fait que le rayon d'inertie de comparaison i_c est fonction de la pression de flambage σ'_{bf} ; cela exige souvent quelques tâtonnements.

Pour les sections de forme simple, qui reviennent souvent dans les calculs, on simplifie beaucoup le problème en opérant la transposition des formules.

Par exemple pour le cas pratique très important des piliers de section carrée, on explicite le pourcentage d'armature et, partant de la formule (12'), on introduit au lieu de la pression de flambement sur béton, la pression moyenne de flambement sur la section brute:

$$\sigma'_{mF} = \frac{N_F}{\Omega_t} = \frac{N_F}{b^2}$$

et au lieu du rapport d'élancement $\frac{1}{k} \frac{1}{i_c}$, le rapport d'élancement architectural du pilier $\frac{1}{k} \frac{1}{b}$.

Piliers en béton, armés longitudinalement.

Section carrée à 4 barres d'angle.

- σ'_{br} : tension d'écrasement sur prismes du béton non armé.
- N : charge centrique de rupture du pilier par flambement ou écrasement.
- σ'_{bg} : tension sur le béton lors du flambement du pilier.
- λ : proportion d'armature longitudinale.
- k : coefficient d'extrémité du pilier | double articulation $k = 1$.
- double encastrement $k = 2$.

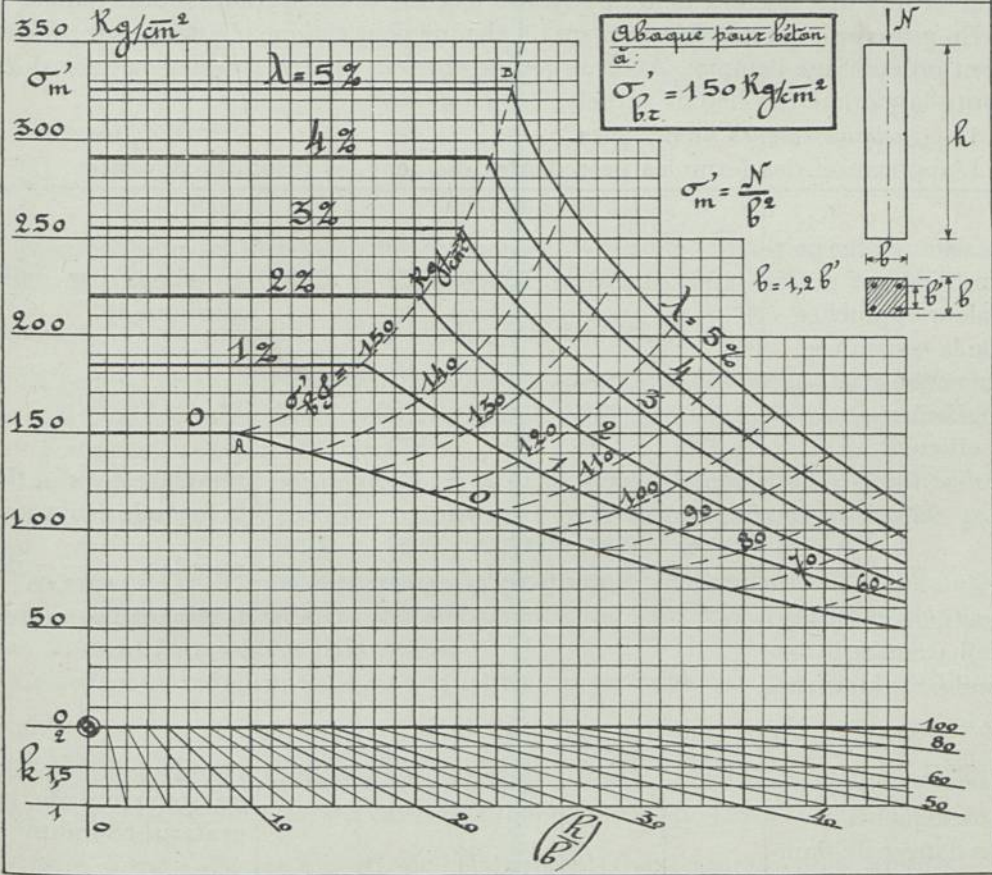


FIGURE 6

Exemple d'abaque pour un béton donnant sur prisme $\sigma'_{br} = 150 \text{ Kg par cm}^2$

La figure 6 est un de nos abaques établis dans ces conditions pour les piliers de section carrée, exécutés en béton donnant σ'_{br} sur prisme = 150 kg. par cm^2 , ce qui correspond environ à σ'_{cr} sur cube de 187 kg par cm^2 et à une pression admissible en compression simple de

$$R'_b = 0,28 \times 187 = 52,36 \text{ K. par } cm^2.$$

On y trouve en abscisses les élancements architecturaux $\frac{l}{b}$, en ordonnées les pressions moyennes de destruction rapportées à la section brute: σ'_{mF} ; les courbes sont cotées en pourcentage d'armatures longitudinales; les courbes auxiliaires tracées en pointillés donnent la pression subie par le béton au moment du flambement, σ'_{bF} ; à la gauche de la courbe pointillée AB portant la côte σ'_{br} , la pression de destruction sur béton atteint cette pression σ'_{br} .

L'emploi d'un tel abaque ne demande aucune explication et est d'une très grande rapidité, aucun calcul de rayon d'inertie ou de giration n'étant requis.

En principe il y a lieu de tracer un tel abaque pour chaque résistance sur prisme dont on envisage l'emploi. Avec un jeu de trois ou quatre abaques on tient alors toute la gamme des bétons actuels.

15. Quelques valeurs numériques.

L'application des formules précédentes donnent les résultats suivants:

Résistance sur prisme σ'_{br} :	150	200	250	300	350	en kilogs par cm^2 . ainsi que ¹⁾)
Valeur approchée de la résistance sur cube σ'_{cr} :	188	250	313	385	437	
Coefficient η :	1,110	1,232	1,485	1,732	2,280	
Coefficient μ :	1,370	1,160	896	673	470	
$\eta \sigma'_{br}$: ¹⁾)	166,5	246,4	371,25	534,6	798	remplace le σ'_{cr} de la formule courante.
$\frac{1}{\pi^2 \mu}$	0,74	0,87	1,12	1,51	2,16	remplace $\frac{1}{10.000}$ de la formule courante.
(coefficient du dénominateur de la formule rankinienne)	10.000	10.000	10.000	10.000	10.000	
rapport $\frac{1}{k} \frac{1}{i_c}$	38,50	51,30	65,40	71,75	73,80	remplace l'indication sommaire de la pratique courante.
sous lequel il n'y a pas danger de flambement: ¹⁾)						

¹⁾ Ne pas perdre de vue que i_c doit se calculer par la formule:

$$i_c = \sqrt{\frac{I_b + m' I_a}{\Omega_b + m \Omega_a}}, m \text{ et } m' \text{ étant correspondants à la pression de flambement du béton } \sigma'_{bF}$$

16. *Comparaison avec d'autres formules.*

L'étude précédente montre qu'il n'est pas possible, si l'on veut serrer l'économie, d'adopter une formule dont le coefficient η qui intervient au numérateur et le coefficient $\frac{1}{\pi^2 \mu}$ qui intervient au dénominateur soient constants, quelle que soit la résistance du béton.

A titre d'exemple, nous donnons à la figure 7, les résultats comparatifs de l'application de notre théorie et des formules suivantes souvent employées :

Commission française :

$$(A) \quad \frac{N_F}{\Omega_b + m \Omega_a} = \frac{\sigma'_{cr}}{1 + \frac{1}{10.000} \left(\frac{l}{k} \frac{l}{i} \right)^2} \quad i = \sqrt{\frac{\text{avec}}{\Omega_b + m \Omega_a} \frac{I_b + m I_a}{\text{et}}}$$

Bach :

$$(B) \quad \frac{N_F}{\Omega_b + m \Omega_a} = \frac{\sigma'_{br}}{1 + \frac{0,5}{10.000} \left(\frac{l}{k} \frac{l}{i} \right)^2} \quad \begin{array}{l} m = 10 \\ \text{ou} \\ m = 15 \end{array}$$

Formule linéaire :

$$(C) \quad \frac{N_F}{\Omega_b + m \Omega_a} = \sigma'_{br} \left(1 - \frac{32}{10.000} \frac{l}{k} \frac{l}{i} \right)$$

Bien entendu les résultats sont transposés de manière qu'en ordonnées on ait σ'_{mF} , la pression moyenne de flambement rapportée à la section totale réelle $\Omega_b + \Omega_a$, et en abscisses l'élanement architectural $\frac{l}{b}$ ou $\frac{h}{b}$.

La comparaison est faite pour les piliers de section carrée, armés longitudinalement à 2%, encastés parfaitement aux deux extrémités et ne présentant aucune cause accessoire de perturbation.

La comparaison est faite d'une part pour un béton donnant une résistance sur prisme σ'_{br} de 150 kg. par cm², d'autre part pour un béton donnant 250 kg. par cm².

On voit que pour les élancements architecturaux compris entre 30 et 60 notre théorie indique des résistances au flambement notablement plus grandes que celles que donnent les formules habituelles.

Cela tient essentiellement à ce que toutes ces formules ont une allure continue depuis $\frac{l}{b} = 0$, tandis que nous avons montré que pour une matière telle que le béton, le danger de flambement n'est en jeu qu'à partir d'un élancement déjà grand ; ainsi d'après la figure 7 il n'y a danger de flambement d'un pilier carré doublement encasté, armé à 2%, qu'à partir de l'élancement architectural $\frac{l}{b}$ de 40 environ.

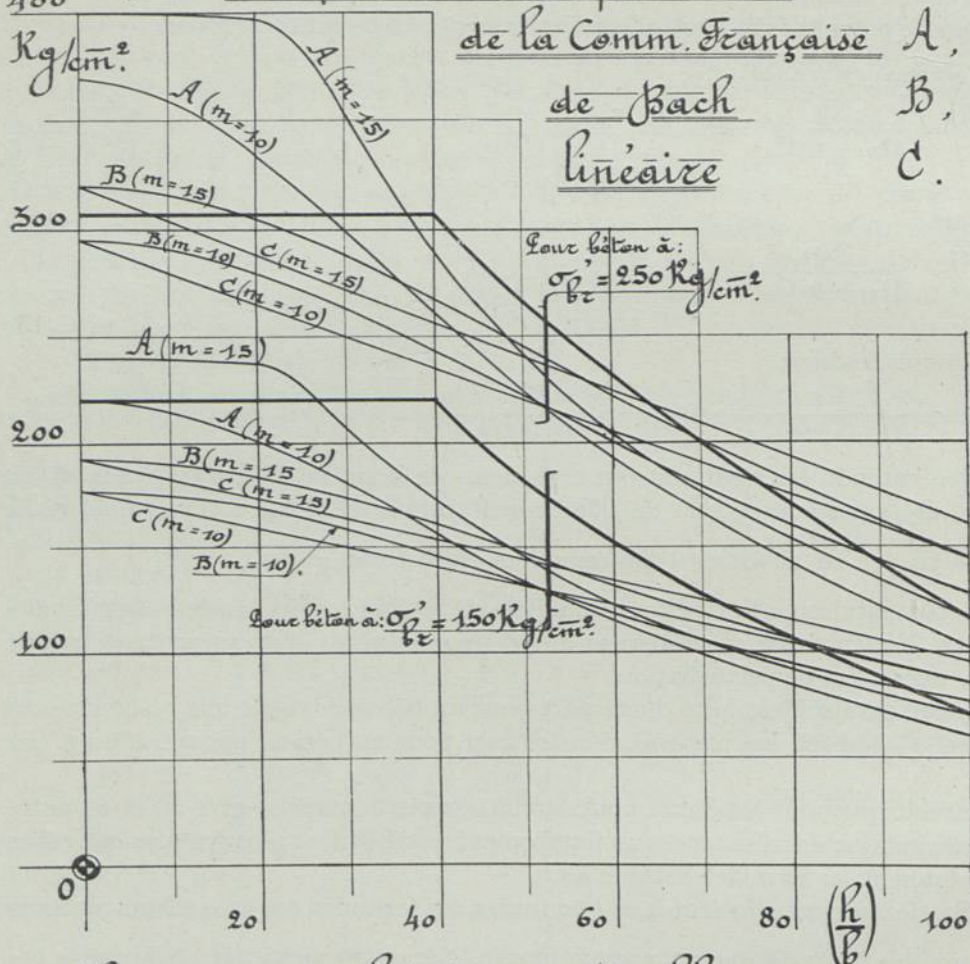
Dans toute la zone voisine de la discontinuité de nos courbes (voir figures 6 et 7), les formules habituelles indiquent donc une résistance notablement trop faible

Piliers en béton, armés longitudinalement à $\lambda = 2\%$.

$$\frac{\sigma'_{m g}}{400} = \frac{N g}{b^2}$$

Comparaison des formules

de la Comm. Française A,
de Bach B,
linéaire C.



Élancements architecturaux (double encastrement.)

FIGURE 7

Comparaison des formules

Remarquons d'autre part que dans nos calculs nous avons adopté pour le module de flambement l'expression d'Engesser $F = E'_b = \frac{d\sigma'_b}{d\delta'_b}$ et que nous avons admis que la loi de E'_b en fonction de σ'_b est rectiligne; ces deux hypothèses simplificatrices concourent à donner des pressions de flambement calculées plus petites que les pressions réelles, de sorte que l'approximation de notre formule est dans le sens de la sécurité.

Constatons enfin que pour un cas précis cité par M. Mesnager ¹⁾, pour un béton donnant $\sigma'_{cr} = 296$ kg. par cm^2 (ou probablement $\sigma'_{br} = 0,8 \sigma'_{cr} = 237$ kg. par cm^2) pour des piliers rectangulaires armés à environ 2%, considérés encastés aux deux extrémités, les essais ont donné:

élancement architectural: $\frac{l}{b} =$	40	50	60
pression de flambement	$\frac{NF}{\Omega_b + m\Omega_a}$ avec			
$m = 10$	248	212	172 Kg. par cm^2 .
la formule de la Commission française donne	207	176	149 Kg. par cm^2 .
notre formule donne	250	218	180 Kg. par cm^2 .

On voit qu'elle contrôle très bien les résultats de ces essais.

17. Nous souhaitons que de nouvelles séries d'essais soient entreprises et publiées.

La présente étude a fait fond sur la formule de Ritter un peu modifiée, elle pose certaines remarques générales qui sont indépendantes de la formule d'où l'on part; la connaissance des résultats de nouvelles séries d'essais de compression ou de flambement nous permettrait d'apporter à nos abaques les retouches voulues pour serrer la réalité de plus près et aboutir au maximum d'économie dans la sécurité.

¹⁾ „Cours de béton armé”, A. Mesnager, Paris 1921, pages 68 à 70.

DESIGN OF CONCRETE MIXTURES

by

R. W. CRUM ¹⁾

Engineer, Materials and Tests, Iowa Highway Commission

SYNOPSIS

The paper discusses the factors due to composition, that affect the strength of concrete and the methods for design of mixtures based thereon. It is shown that both the water-cement ratio and the void-cement ratio are indices of the crushing strength of concrete. Concrete mixtures can be designed either by the water-cement ratio method or by the mortar-void method with reasonably concordant results. The paper points out that, for accurate results in specific cases, the design of mixtures by either theory should be based upon preliminary tests of the materials to be used, under conditions comparable to the expected field conditions. Practical examples are worked out in the paper.

The paper then discusses the details of field operations required in putting the water-cement ratio method of control to practical use. Attention is called to needed improvements in water measuring apparatus. Measurement of aggregates by weight is described and its advantages discussed, including the advantages to the contractor and the benefits resulting from improved concrete.

INTRODUCTION

Portland cement concrete is a combination of water, cement, and mineral aggregates such as sand and crushed stone. Until recently it was generally supposed that the relative amounts of cement and aggregates were the principal factors that controlled the quality. Little attention was paid to the amount of water in the mixture. Many investigations were conducted into the various combinations of cement and aggregates, but it was not until consideration was also given to the effect of the water that definite relationships between composition and quality were established.

¹⁾ Read at the Congress by Mr. D. A. Abrams

It has been found that quality is principally controlled by the relation of cement to water, and that the effects of different combinations of cement and aggregates are matters of economy.

At the present time the great majority of users still adhere to arbitrary statement of proportions of materials in writing specifications for concrete, but the designing of mixtures for definite quality is rapidly growing, and rapid progress is being made in the control of operations in the field.

For the development of the accepted theories of design of concrete mixtures, we are principally indebted to the researches of D. A. Abrams, A. N. Talbot and R. Féret.

PART I

DESIGN

Insofar as it is affected by the proportions of the constituent materials, the average quality of concrete is governed in the field by the control of the water content of the batch. Variation from the average or uniformity as affected by the mix is controlled by the accuracy of measurement of the various ingredients.

Two basic facts have become commonly accepted.

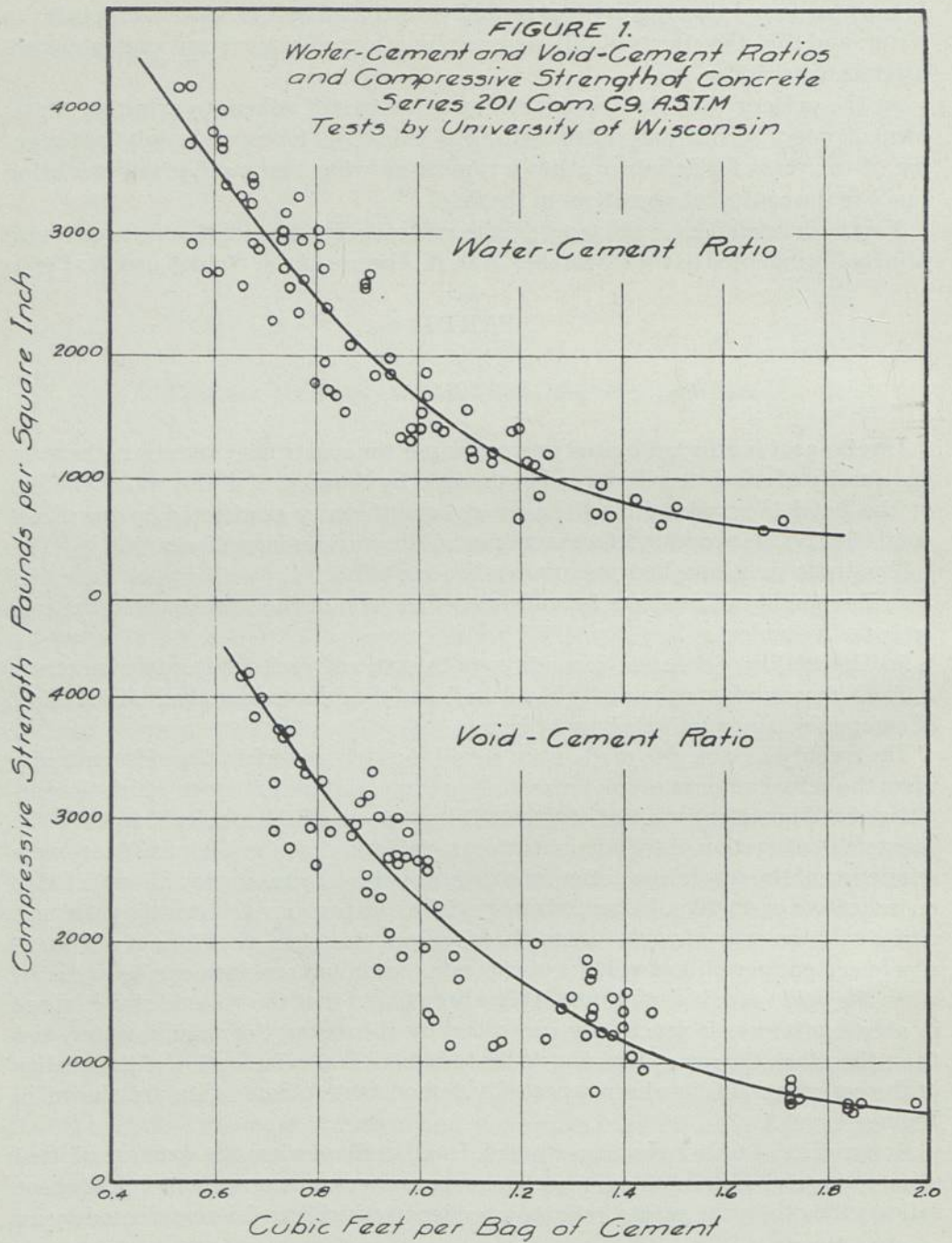
1. The quality of concrete depends upon the ratio of the void space in the concrete to the cement.

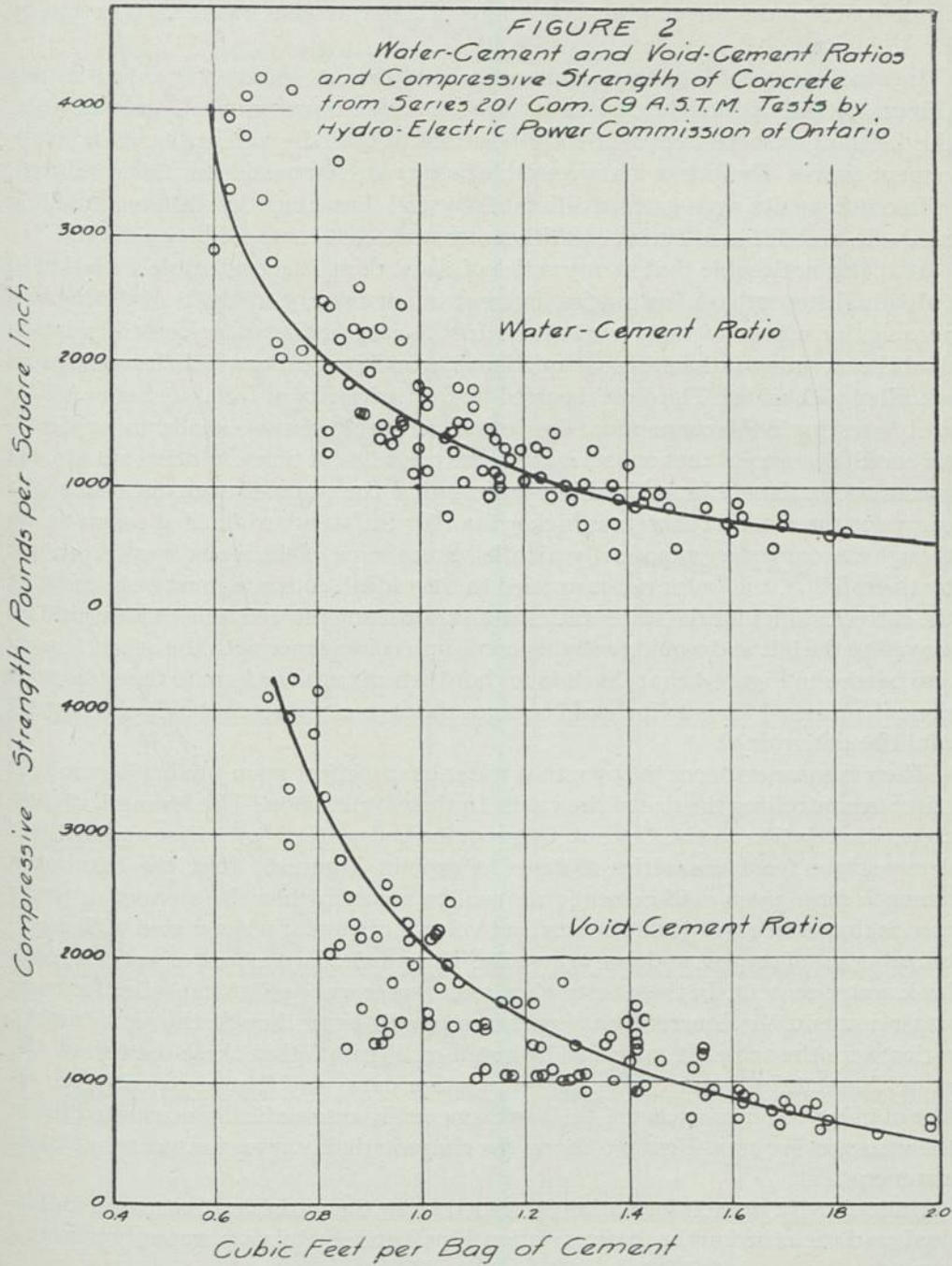
2. The quality of concrete depends upon the ratio of mixing water to cement.

These factors must necessarily be related, and the following analysis of the effect of composition on quality is based thereon.

The quality of concrete made from sound durable materials depends primarily upon the actual amount of solid materials present, and the extent to which the particles of solid matter are glued together. If it be assumed that the void space in the concrete is a function of the amount of material, and that the amount of cement is a function of the cementing action, the ratio of voids to cement may be expected to be indicative of quality. In fact numerous investigators have shown that strength varies with the ratio of voids to cement. It follows, therefore, that for a given quantity of cement per unit of volume of concrete maximum strength can be expected when the void space is a minimum. It has been found that the volume of void space in plastic mixtures is practically controlled by the amount of mixing water, and that, therefore, the ratio of mixing water to cement is also indicative of the quality of the concrete. This has been repeatedly demonstrated. Some data are shown in Figures 1 and 2.

Many series of tests have been studied. In all of these when the data are plotted using compressive strength as one ordinate and water-cement ratio, or void-cement ratio as the other, the points indicate a tendency which can be represented by an equation of the form $S = \frac{B}{A^x}$, in which S = Compressive strength in pounds per square inch, x = cubic feet of mixing water or cubic feet of voids per bag of ce-





ment, and B and A are empirical constants. This expression was first suggested by D. A. Abrams.

In studying test data from a number of different sources, it is noticeable (Figure 3) that although a curve may be found to represent each series of tests, the different set of tests give different positions of both the water-cement and void-cement curves. Doubtless many variable factors are responsible for this condition. Different cements, aggregates of different physical characteristics, different molding methods, and different curing conditions are some that come readily to mind.

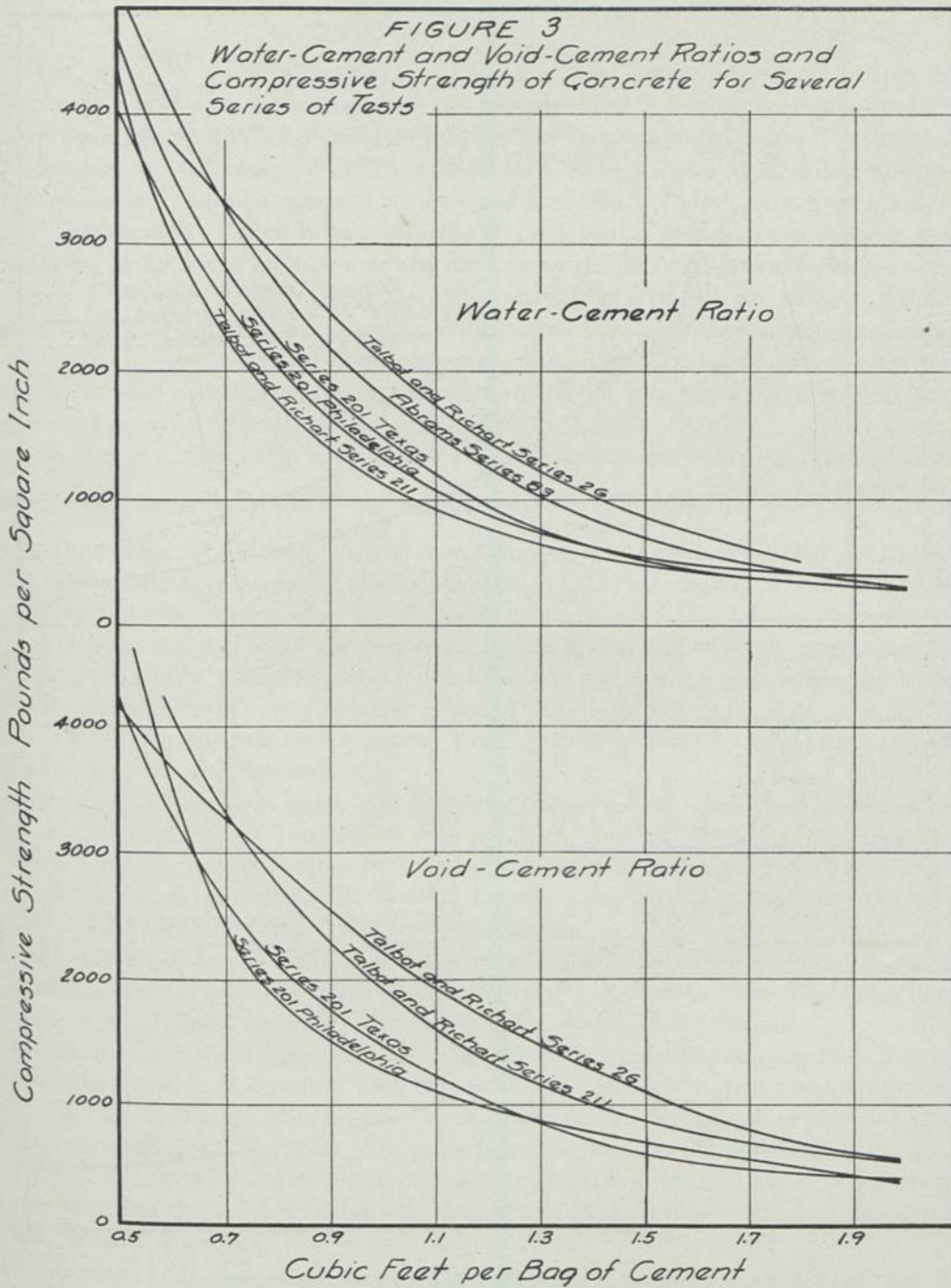
It is also noticeable that in any series of tests, there is considerable variation in individual strengths. Inaccuracies inherent in our present methods of testing will account for a part of these variations. In the case of the water-cement relation doubtless some variations are due to differences in the extent to which the void spaces are filled with water. The data reported by the University of Texas for Series A 201¹ are interesting in this connection. Two sets of test specimens were made under identical conditions except that one set was rodded a number of times, to drive out air and excess water. It will be noticed in Figure 4 that the water-cement-ratio-strength curve for the rodded concrete is higher than for the standard molded concrete, although the curves are practically parallel. Since some of the water was driven out by the rodding, the water ratios applied to the rodded concrete must be in error. If the correct values for the water ratios were known and plotted, this curve would be moved to the left and would probably come into coincidence with the other. It may also be seen in Figure 4 that the data for both sets of tests conform to the same void cement curve, which is as it should be since the correct values for voids and cement could be determined.

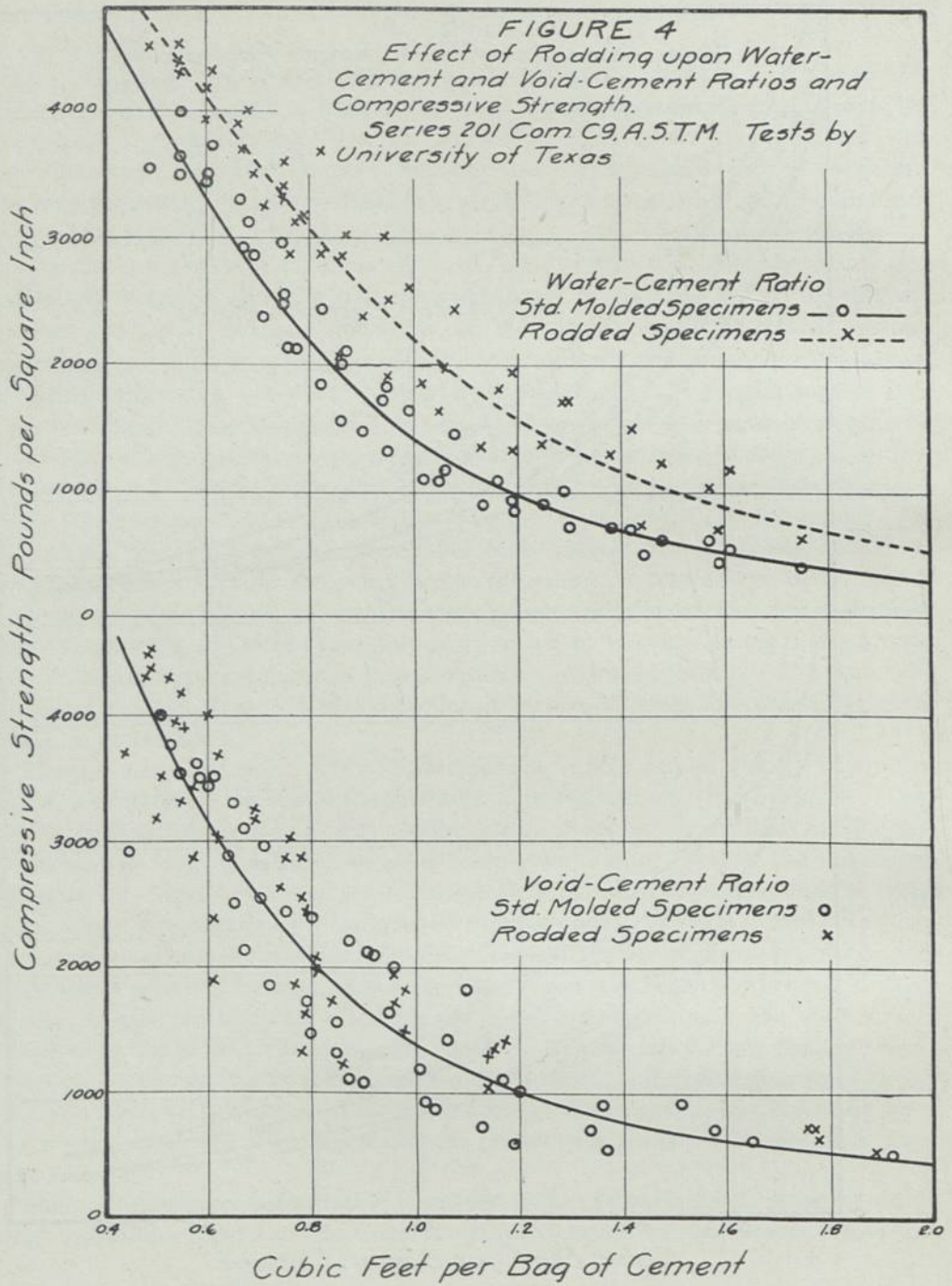
There is some evidence to show that water has an effect upon quality beyond its effect in controlling the size of the voids. In their Bulletin on "The Strength of Concrete, its Relation to the Cement, Aggregates and water"², Talbot and Richart demonstrate from one series of tests (shown in Figure 5) that the maximum strength for a given void-cement ratio will be secured when the amount of water used is that which will yield the smallest volume of mortar when mixed with a certain amount of cement and fine aggregate. This particular amount of water he calls basic water content. In these tests when more water was used than needed for basic water content, the concrete was lower in strength even though the void-cement ratios were the same. It may also be noted on Figure 5 that these data show the same characteristic water ratio curves as other data, and that apparently the effect of using water in excess of the basic amount is automatically accounted for in the water ratio curve. Figure 6 shows the characteristic curves for mortar at basic water content.

Undoubtedly more information is needed as to the variables that cause individual variations from the basic relationships between mixing water, voids and cement.

¹) A. Report of Committee C-9 „Compression Tests of Concrete" 1922.

²) Bulletin No. 137 Engineering Experiment Station, University of Illinois.





THEORIES FOR DESIGN

The use of the water-cement ratio as the principal factor in designing concrete mixes was first proposed by Duff A. Abrams in 1918¹⁾. Since that time the fact that water is a controlling factor has been frequently recognized in specifications by the requirement that the consistency be as dry as conditions of workability permit. Conscientious administration of such a specification would no doubt produce concrete of average maximum strength for the amount of cement used, but since a comparatively small change in water ratio may mean a considerable decrease in strength, it would seem much better to specify the ratio of water to cement. According to F. R. McMillan, "Designing a concrete mix for a given strength, consists in selecting the water-cement ratio corresponding to that strength and finding the most suitable combination of aggregates which will give the desired workability when mixed with cement and water in this ratio."

The water cement ratio to use may be selected from a curve representing average conditions, such as Abrams' curve represented by the equation $S = \frac{14000}{7^x}$. But since the value of the constants in this equation depends upon the quality of the cement, age of concrete, curing conditions, etc., it is better when close control is possible to base the water cement ratio to be used, upon tests made to cover conditions similar to those to be expected in the field. For the most thorough control such preliminary tests should be made upon the actual materials which are to be used upon the work contemplated. Finding the combination of aggregates which will, with the selected water-cement ratio, give the desired workability can be easily done by trial batches.

It should be borne in mind that probably the very best results will be secured if the stiffest consistency compatible with plasticity and workability is adopted. The water-cement ratio will undoubtedly establish the class of the concrete, but in order to obviate so far as possible lack of uniformity, each batch as made should have exactly the same ingredients as every other batch.

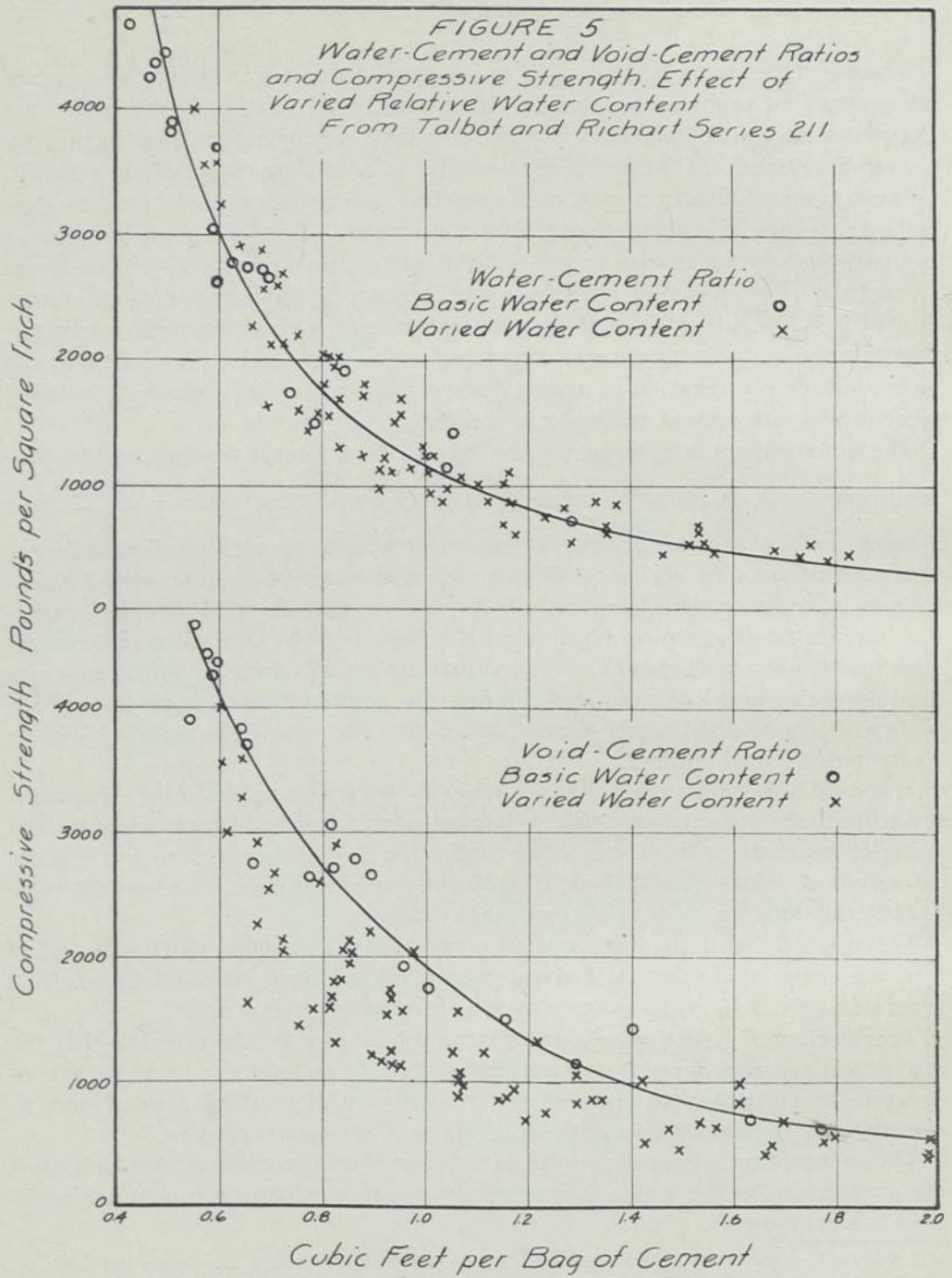
The method for designing mixtures proposed by Talbot and Richart²⁾, takes into account not only the effect of water upon voids, but also the additional effect upon strength due to using water in excess of the basic water content.

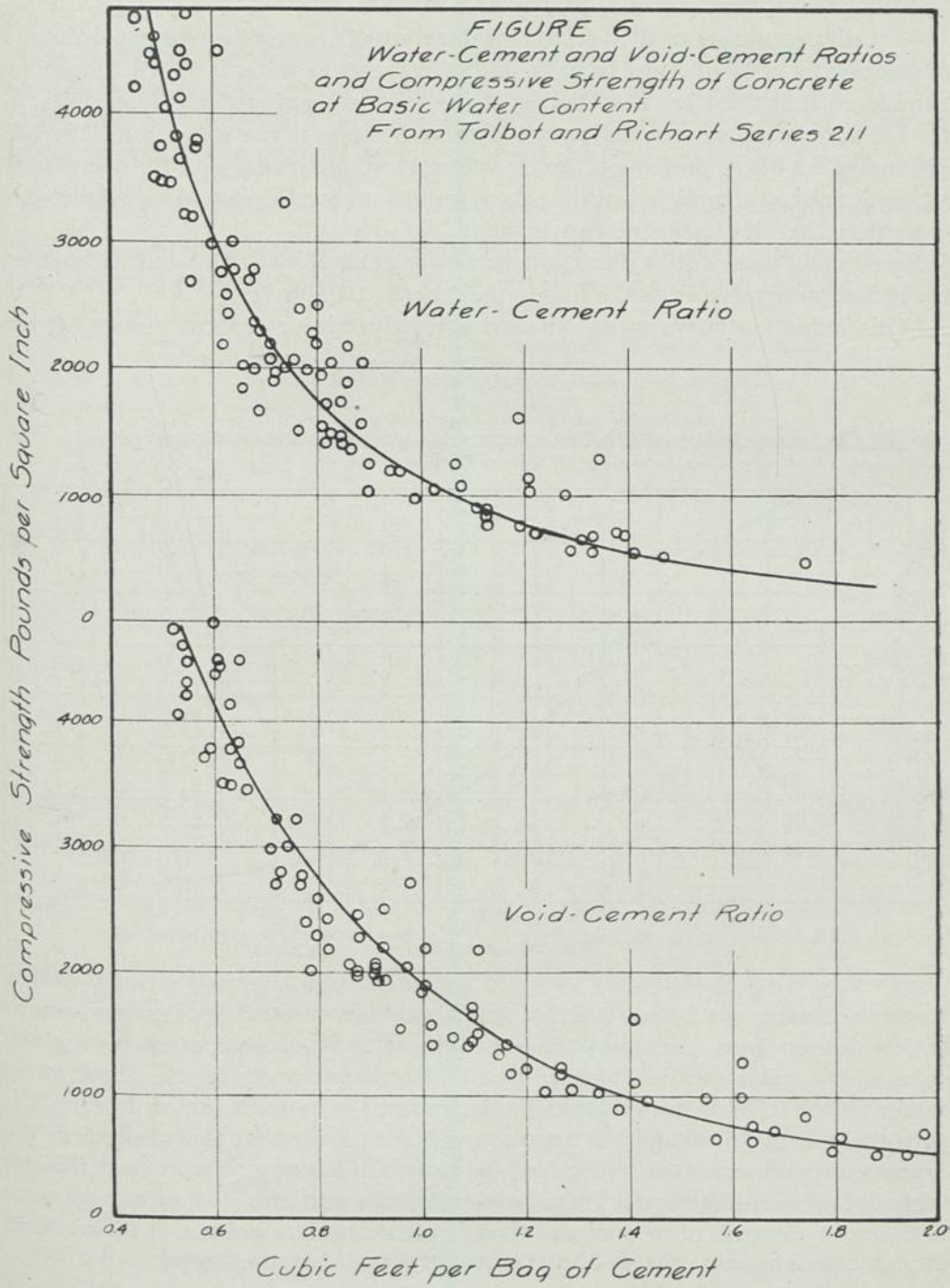
This method of designing concrete mixtures is based upon the principle that the strength of concrete depends upon the ratio, voids to cement, in a given volume of concrete, and also that the greatest strength will result for a given ratio of voids to cement when the mortar part of the concrete has "basis water content."

This assumption is based upon the data depicted in Figures 5 and 6, which show the discrepancy in the void-cement-strength relation, when water contents other than basic are used.

¹⁾ Bulletin 1 — Structural Materials Research Laboratory Portland Cement Association and Lewis Institute.

²⁾ „The Strength of Concrete, Its Relation to the Cement Aggregates and Water, "bij Talbot and Richart, Bulletin no. 137, Engineering Experiment Station, University of Illinois.





Talbot and Richart state:

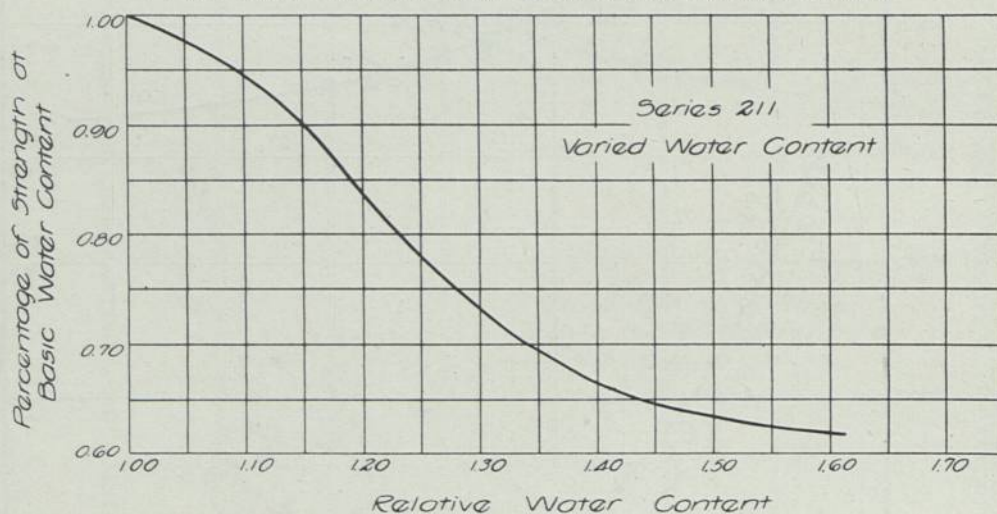
"The discrepancy is small at relative water contents (water content in percentage of basic water content) close to basic, but it increases as water is added. It may be considered that there are two sources of the lower strengths of such concretes: *a.* the increase in the voids which comes with an increase in the water, and *b.* an additional effect of the presence of excess water. It would appear that the decrease in strength due to the presence of the excess water is about the same as, or somewhat more than that due to the increase in voids".

Based upon these data a reduction curve was devised by Talbot and Richart for use in designing mixtures according to their method. Figure 7.

"This reduction curve means that at a relative water content of say 1.3 the

FIGURE 7

Fig. 30 Reduction Curve For Concretes of Varied Water Content
From Talbot and Richart Bulletin 137 Univ. of Illinois



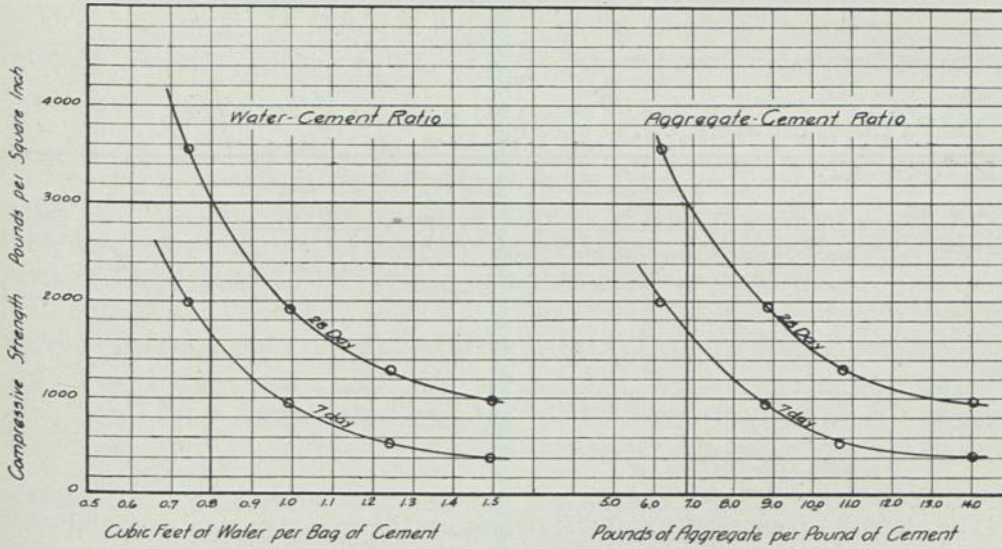
strength of the concrete is 0.73 of that which would correspond to the same voids at basic water content. Conversely the strength at basic water content for a given value of the voids may be obtained by dividing the strength for the given water content by a ratio taken from the reduction curve."

In this method of design the assumption is also made that the strength of the concrete depends upon the strength of the mortar, if the mortar more than fills the voids in the coarse aggregate. It is assumed that the particles of stone merely serve as filling in a matrix of mortar and therefore the absolute volume of the voids in the concrete is equal to the absolute volume of the voids in the mortar.

DESIGN PROCEDURE

For designing according to the water ratio method proposed by Abrams, all that is needed is the relation between strength and various water-cement ratios. For the Talbot method the mortar void characteristics of the particular sand to be used are needed as well as the relation between strength and various ratios of voids to cement. Abrams has suggested an equation, $S = \frac{14000}{7^x}$, for the strength-water-cement relation and Talbot has suggested a curve for the strength-void-cement ratio which may be generally applicable. However, since other sets of tests have given

FIGURE 8
 Water-Cement Ratio and Aggregate Cement Ratio and
 Compressive Strength of Concrete
 Tests for Design of Mixtures Iowa Highway Commission
 Series R48
 Each point is the average of 12 Specimens



other values for the constants in Abrams' formula, and other positions of the void-cement-strength curve, it would seem to be better practice, in applying either of these methods, to base the results upon curves developed especially for the conditions at hand. The problem therefore is essentially one of field control.

Design of mixtures as respects quality by both of the above methods is worked out in the following examples, both being taken from data covering the same materials. The tests made were such as would have to be made in the application of these designing methods. The economic aspects of variations in grading of aggregates will not be considered in this discussion.

For use in these examples a series of specimens was made and tested as shown in Table No. 1. The specimens were cured in damp sand. Also for use with the „Mortar-Void" method, the mortar void data were secured for the sand used. Figure 8 is plotted from the data given in this table.

DESIGN BY WATER-CEMENT RATIO METHOD

This is a very simple matter as respects quality. If it be assumed that these tests represent the kind of concrete we wish to make, all that is necessary is to take from the water-cement-strength curve (Figure 8) the water cement ratio corresponding to the strength desired. Let us assume the needed strength of the concrete to be 3000 lb. per sq. in. at 28 days. According to the curve a water ratio of 0.8 cubic feet of water per bag of cement is required. This is all that is needed to control the strength provided the concrete is always plastic.

TABLE I

Concrete Test Specimens for Design of Concrete Mixtures Iowa Highway
Commission Series R-48

Ratio of Fine Aggregate to Coarse Aggregate 33:67 by weight .

Fine Aggregate: Sand graded 0 to No. 4 Fineness Modulus 3.25.

Coarse Aggregate: Gravel graded No. 4 to 1½ inch opening Fineness Modulus 7.48.

Each value is the average of 12 specimens.

Ratio Agg. to Cement Wt.	Absolute Volume per Unit of Volume					Cu. ft. of Water per bag of Cement	Crushing Strength		Cu. ft. of Voids per bag of Cement	Relat- ive Water Content	Slump In.
	Water w	Cement c	Sand a	Gravel b	Voids v		7 day	28 day			
6.25	0.154	0.102	0.248	0.515	0.135	0.75	1973	3575	0.642	1.42	1.46
8.93	0.153	0.075	0.257	0.532	.0134	1.00	922	1891	0.867	1.62	1.25
10.77	0.161	0.062	0.259	0.537	0.143	1.25	522	1274	1.127	1.65	1.40
14.03	0.150	0.048	0.263	0.546	0.142	1.50	393	976	1.535	1.70	1.50

The amount of aggregate used will determine the consistency or workability of the concrete and the most advantageous relative amounts of fine and coarse aggregates and the grading of each are matters of economy not within the scope of this discussion. Since in this series of tests the consistency was such as would be wanted in the concrete, the data can also be used to give a close indication of the relative amount of aggregate to use. Assuming, of course, that the aggregate would be similar in composition and grading to that used in the tests.

As is also shown in Figure 8, the strength varies with the ratio of aggregate to cement when the consistency is the same. This fact has also been used as a basis for designing mixtures. But since exact methods for control and identification of consistency have not yet been devised, it will be better to use these data merely to estimate the amount of aggregate which will probably give a satisfactory mixture. The proportions should be changed on the job if the degree of workability secured with this mix is not satisfactory. Reference to the curves of Figure 8 shows that to

produce 3000 lb. per sq. in. concrete, 0.8 cubic feet of water per bag of cement should be used and that a ratio of one pound of cement to 6.8 pounds of aggregate will probably produce a mixture of suitable workability. These data can also be made the basis for an accurate estimate of the quantities of materials to be used per unit volume of concrete. The solidity ratio of the test concrete as shown in Table I is 0.865, which should also be close to the density of the concrete made with the chosen water ratio and similar materials. The required amount of cement per cubic yard can be computed from the following formula:

$$\text{Bbl. cement per cu. yd.} = \frac{14.1 d}{1 + \frac{c}{x} a + \frac{c}{y} b} \quad 1)$$

in which d = solidity ratio or percentage of solid matter in a unit volume of concrete.

c = specific gravity of cement.

x = specific gravity of fine aggregate.

a = ratio of fine aggregate to cement by weight.

b = ratio of coarse aggregate to cement by weight.

y = specific gravity of coarse aggregate.

In the case at hand the total aggregate contains 33 per cent sand and 67 per cent gravel pebbles, both having a specific gravity of 2.66. Hence $d = 0.865$ (from Table I), $c = 3.14$, x (or y) = 2.66, $a + b = 6.8$. Substituting in the formula and solving, we find that 1.35 bbl. cement per cu. yd. will be required.

A similar estimate can be made if it is assumed that the mixing water fully occupies the void space and that no water is lost, from the following formula:

$$\text{Bbls. cement per cu. yd.} = \frac{6.75}{0.5 + x + \frac{W_f}{62.58_f} + \frac{W_c}{62.58_c}} \quad 2)$$

in which x = water ratio, cu. ft. of water per bag of cement.

W_f = pounds of fine aggregate per bag of cement.

W_c = pounds of coarse aggregate per bag of cement.

S_f & S_c = apparent specific gravities of fine and coarse aggregate respectively.

For the case at hand solution of this formula gives the required cement to be 1.31 bbl. per cu. yd.

Or if we assume the volume of concrete to be made up of the sum of the absolute volumes of the water, cement and aggregate, the estimate can be simply made as follows: ³⁾

For each bag of cement (94 pounds) 0.8 cu. ft. of water and 6.8×94 or 639 lbs. of aggregate will be used. Assuming the specific gravity of cement at 3.14 and ag-

¹⁾ R. W. Crum in Service Bulletin, Iowa Highway Commission, March—April, 1921.

²⁾ Stanton Walker in „The National Sand and Gravel Bulletin, September, 1926.

³⁾ F. R. Mc. Millan in "National Sand and Gravel Bulletin", November, 1926.

gregate at 2.66 as in the preceding solutions, we find the contents of such a batch to be:

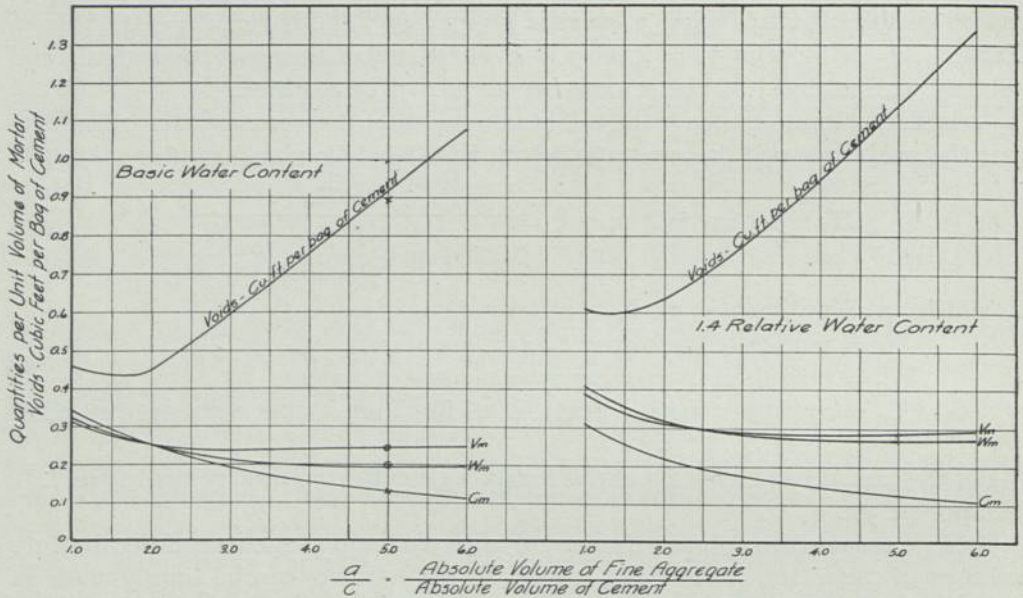
Water	0.800 cu. ft.
Cement $\frac{94}{3.14 \times 62.5}$	0.479 cu. ft.
Aggregate $\frac{639}{2.66 \times 62.5}$	$\frac{3.85}{5.120}$ cu. ft.

Therefore since 5.12 cu. ft. of concrete contains 1 bag of cement, 27.0 cu. ft. will contain $\frac{27}{5.12}$ or 5.27 bags or 1.316 bbl. per cubic yard.

DESIGN BY MORTAR-VOID METHOD

The problem is again to design a mixture that will yield a crushing strength of 3000 lb. per sq. in. at 28 days of age, when made up from the materials represented by the samples used in making the test specimens shown in Table I. In addition to

FIGURE 9
Mortar Void Curves of Sand Used for
Design of Concrete Mixtures, Iowa Highway Com.
Series R-4B



these data the mortar void characteristics of the sand are needed. These mortar void characteristics for Basic Water content and 1.4 Relative water content are shown in Figure 9.

In order to solve the problem by this method, the relation between strength and void-cement ratio for concrete at basic water content for the conditions at hand

must be established. Figure 10 shows this relation. The elements of this curve are taken from the test data as follows:

1. Crushing strength of concrete, age 7 and 28 days, corrected to show on the diagram the probable strength of such concrete at basic water content, instead of the actual strength at the various water contents used.
2. Crushing strength of mortars, age 7 and 28 days, corrected to show probable strength at basic water content, and
3. Crushing strength of mortars made up at basic water content.

The corrections for strengths at basic water content are made by means of reduction factors taken from the curve proposed for that purpose by Talbot and Richart, and reproduced herein as Figure 7. It is interesting to note that the points representative of the three sets of data all agree very closely as to the position of the void-cement-strength curves in Figure 10.

It is necessary first to assume the relative water content which will probably give the desired workability. Reference to Table I shows that the concrete of these tests nearest to the strength desired was made with a relative water content of about 1.40. 1.4 will therefore be assumed as the basis for the design of the mixture.

From the reduction curve of Figure 7, we find the strength at 1.4 relative water content to be 0.665 times the strength at basic water content. Therefore our desired strength of 3000 lb. per sq. in. at 1.4 relative water content corresponds to a strength at basic water content of $\frac{3000}{0.665} = 4511$ lb. per sq. in.

From Figure 10 we find that this strength requires a void-cement ratio of 0.72 cubic foot per bag of cement. This means that a void-cement ratio of 0.72 should produce 4511 lb. per sq. in. concrete if basic water content is used or 3000 lb. per sq. in. concrete if 1.4 relative water content is used. Since the latter is to be used, by reference to the mortar-void characteristics of the sand at 1.4 relative water content, Figure 9, we find that to produce mortar having 0.72 cu. ft. of voids per bag of cement, the ratio of sand to cement in the mortar by absolute volumes will need to be $\frac{a}{c} = 2.70$; the volume of voids per cubic foot of mortar will be $V_m = 0.290$ cu. ft. and the absolute volume of cement per cubic foot of mortar $C_m = 0.190$ cu. ft., and the volume of water will be $W_m = 0.293$ cu. ft. per cu. ft. of mortar.

$\frac{\text{absolute volume of sand}}{\text{absolute volume of cement}} = \frac{a_m}{C_m} = 2.70$. Therefore since $C_m = 0.190$, $a_m = 0.513$ cu. ft. sand per cu. ft. of mortar. The elements of the mortar will therefore be

Cement = $C_m = 0.190$ cu. ft. absolute volume per cu. ft.

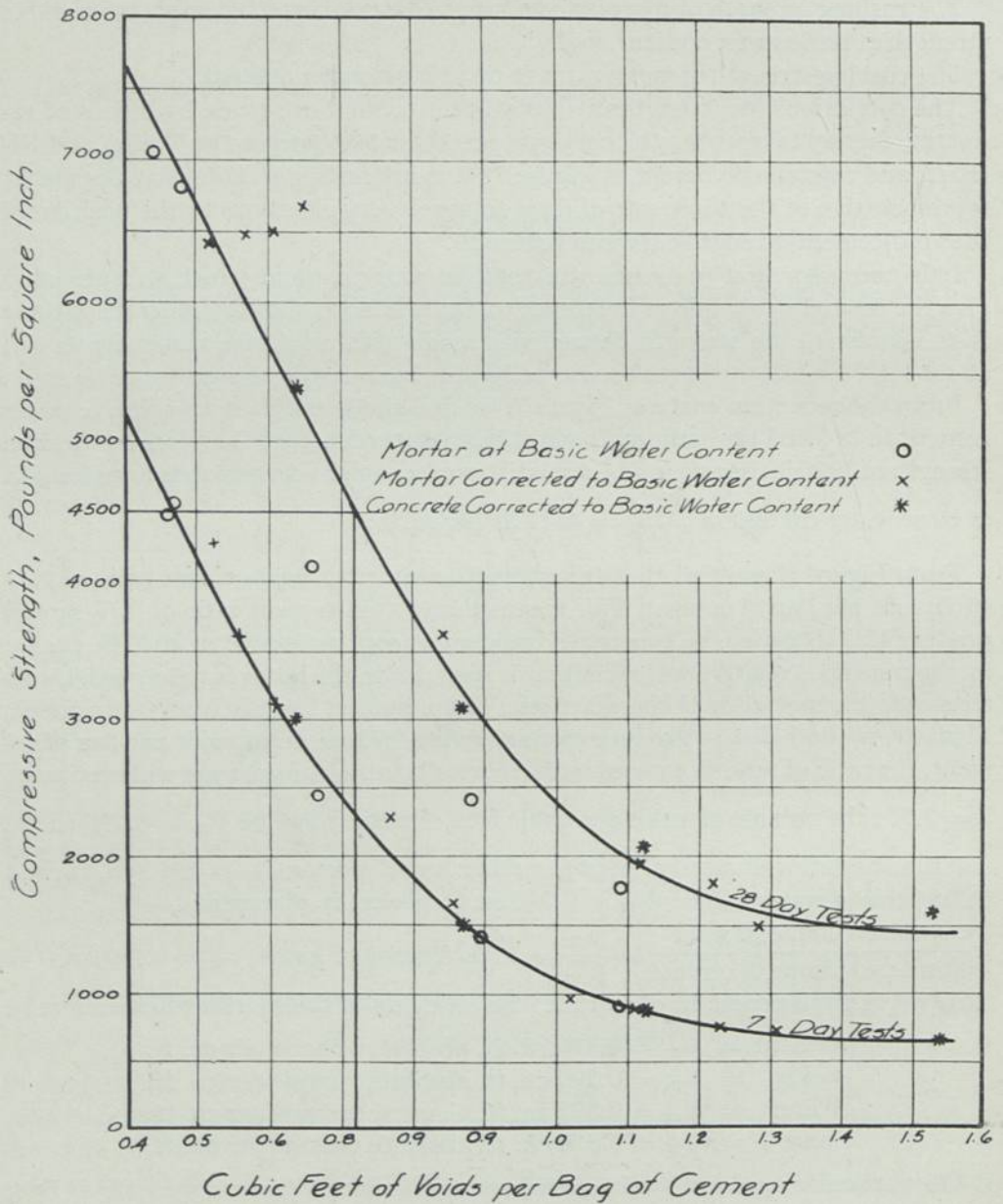
Voids = $V_m = 0.290$ cu. ft. absolute volume per cu. ft.

Water = $W_m = 0.293$ cu. ft. absolute volume per cu. ft.

Sand = $a_m = 0.513$ cu. ft. absolute volume per cu. ft.

The particular aggregate to be used has twice as much coarse aggregate as fine, both by weight and by absolute volume. Since in this case the specific gravities are the

FIGURE 10
 Void-Cement Ratio and Compressive
 Strength of Concrete at Basic Water Content
 Tests for Design of Mixtures, Iowa Highway
 Commission Series R48



same, there will be 1.026 cu. ft., absolute volume, of coarse aggregate to go with the cubic foot of mortar, and the result will be 2.026 cu. ft. of concrete of the following composition:

Water	0.293	cubic feet.
Cement	0.190	„ „ absolute volume.
Sand	0.513	„ „ „ „
Gravel	1.026	„ „ „ „

These quantities may be reduced to weights as follows:

Cement	=	0.190 × 3.14 × 62.4 lbs.	=	37.23 lbs.
Sand	=	0.513 × 2.66 × 62.4 lbs.	=	85.15 lbs.
Gravel	=	1.026 × 2.66 × 62.4 lbs.	=	170.30 lbs.

Dividing by the cement factor, the proportions may be stated thus:

1:2.28:4.57 by weight.
1:6.85 by weight.

Volumetric proportions can be easily derived if needed,

The water-cement ratio in this mixture is as follows:

0.293 cu. ft. of water to 37.23 lbs. cement
or 0.738 cu. ft. of water per bag of cement.

QUANTITY OF CEMENT PER CUBIC YARD OF CONCRETE

The cement content of the concrete is 37.23 lbs. per 2.026 cu. feet.

The quantity per cubic yard is therefore $\frac{27}{2.026} \times 37.23$ lbs. = 496.1 lbs.

496.1 lbs. = 1.319 Bbl. cement per cubic yard.

COMPARISON OF RESULTS BY TWO METHODS OF DESIGN

TABLE II

	Water Ratio Method	Mortar-Void Method
Water Ratio, cu. ft. per bag	0.80	0.738
Proportions — Weight	1:2.24: 4.56	1:2.28:4.57
Solidity Ratio	0.865	0.853
Bbl. cement per cu. yd.	1:35 to 1.31	1.319

It should be especially noted that the required quantity of water as determined does not take into account the additional water to be absorbed by the aggregate. An addition for this purpose should be determined by experiment upon the particular materials to be used.

It will be noted from the above discussion, that designing mixtures by Talbot's and Richart's Mortar-Void method leads naturally to arrangement of proportions by weight, since weight is a definite function of the absolute volumes used in solving

the problem. On the other hand, loose volumes do not bear any fixed relation to the absolute volumes, and in order to maintain the relationships required by the design, allowances, which are always somewhat indefinite, must be made for the bulking effect of moisture in loose granular material.

EFFECT OF PROPORTIONS UPON EARLY STRENGTH

Recently there has appeared a growing demand for concrete of comparatively high strength at early ages. This demand has been met to some extent by special products, such as the high alumina cements, by the use of accelerating agents such as calcium chloride and by the use of ordinary Portland cement under special conditions. This discussion is concerned only with the use of Portland cement.

Examination of the limited data available leads to the opinion that strength at early ages is affected by the proportions of various ingredients, especially cement and water, in the same manner as later strengths. It appears that the methods of design already discussed herein apply to concrete at all ages. Therefore to design mixtures to yield concrete of a certain strength at three day's age it will be merely necessary to select the water-cement ratio that will produce the required strength, and the amount of aggregates that will produce the necessary workability.

The design should be based upon specific strength data for concrete of the age desired, mixed, cured and stored under the most favorable conditions possible to attain upon the job in question. It has been shown that favorable conditions for high early strength require longer mixing than is usually customary, and plenty of warmth during the fabrication and the curing.

The need for careful control of the entire process should be emphasized. It is commonly recognized that if any chemical action of this nature is to be accelerated, extreme care is necessary to secure good results. The production of high early strength concrete should not be attempted except under adequate expert supervision.

The Portland Cement Association reports the test data given in Table III as indicative of the results that may be secured:

TABLE III
From a report "How to obtain high early strength concrete with Portland cement"
by Portland Cement Association.

Field Mix	Cement (bbl. cu. yd. concrete)	Slump (in.)	Water (U.S. Gal. per 94 lb. sack cement)	Water-Cement Ratio ¹⁾ Cu. Ft. per sack of cement	Time of Mixing (Min)	Compressive Strength at 3 days (lb per sq. in.)
1:2½:4	1.32	6 to 7	7.8	1.03	1	750
1:2½:4	1.32	1	6.1	0.82	1	1350
1:1½:2½	2.03	1	4.4	0.59	1	2410
1:1½:2½	2.03	1	4.4	0.59	5	2860

Concrete of comparatively high early strength can be easily produced under normal conditions, if dry and rich mixes are used. The following data in Table IV are from tests made on a paving operation carried on under the Iowa Standard Specifications, without any attempt to produce unusual results:

TABLE IV

Mix by Weight	Cement bbl. per cu. yd. of concrete	Water Gal. Per sack approx.	Time of Mixing Min.	Age at Test Days	No. of Specimens	Modulus of Rupture, lb. per sq. in.	Compressive Strength (m. lb. per sq. in.)
1—2.06—2.43	1.74	4.5 to 5.0	1	2	35	340	¹⁾ 1870
1—2.06—2.43	1.74	4.5 to 5.0	1	3	6	455	¹⁾ 2500
1—2.06—2.43	1.74	4.5 to 5.0	1	4	6	500	¹⁾ 2750
1—2.06—2.43	1.74	4.5 to 5.0	1	4	36	540	¹⁾ 2770
1—2.06—2.43	1.74	4.5 to 5.0	1	90	8	800	440

PART II

FIELD OPERATIONS

Measurement of Cement and Water

It should be apparent from the discussion on design that no matter how the mixture is designed, maintenance of the proper ratio between cement and water in the field is of paramount importance. In order to properly maintain this ratio accurate measurement of all the ingredients (water, cement, aggregates) is necessary.

This fact, although recognized, has not been generally applied in practice. Most water measurements are only guesses, and are left to the judgement of the mixer operator, under the assumption that if reasonably uniform workability is maintained the desired quality will be secured. Typical of the results under this procedure are the following instances.

Special investigations were made upon two such paving jobs, with the rather astonishing result that a variation in water-cement ratio in fresh concrete of from 0.684 to 1.072 cu. ft. of water per bag of cement in one case and from 0.648 to 0.959 in the other, was found. As may be noted from the preceding diagrams, this variation would account for a difference in compressive strength of more than 100 per cent.

It seems obvious that this most vital step in the making of concrete should be handled on an accurate basis.

The measurement of the cement as customarily handled is subject to considera-

¹⁾ Estimate based upon relation between modulus of rupture and compressive strength at 90 days age.

ble variation. Some possible sources of error are; the amount in the sack as packed by the manufacturer; the amount left when the sack is emptied, and that blown away by the wind. It is probable that in order to secure the full benefit of accurate water measurement, it will be necessary to weigh the cement.

The maintenance of the correct volume of water per batch is dependent upon four factors; accuracy of measurement of water; correction for the free water carried by the aggregates; correction for the water to be absorbed by the aggregate, and accuracy of measurement of aggregates.

Since water is volume constant it can be accurately measured. However, in connection with concrete mixers, the design of the apparatus is complicated by the necessity for rapid measurement and discharge of large quantities. At stationary plants satisfactory accuracy with easy means of adjustment for variable quantity as needed can be secured either by weight or by volume. At moving plants such as are used on highway pavement construction, the problem is more complicated. The chief difficulties are; leakage into the mixer after the discharge valve is closed; crude measurement by means of water gage; and variable effect of pipe line pressure. At the present time many paving mixers are equipped with water tanks which will furnish a constant quantity of water for a given setting of the adjusting device, under uniform water pressure. Some are designed to be independent of gradient and super-elevation and some require adjustment for these factors. Valves are procurable that are free from leakage for a considerable time. The most common principle used in measuring water at paving mixers is to draw the water from a full tank down to some level which can be controlled from the outside. The common source of error is the filling of the tank. If the pipe line pressure is low, the tank may not fill during the allotted time. With higher pressures unless the air vents are very carefully designed air may be trapped and spoil the measurement. Some improvements insuring against these sources of inaccuracy are needed. The cycle of operations upon a modern paving mixer requires that about 42 gal. be measured in 60 sec. and discharged in 10 sec. or less. The inundation method of measuring sand offers good possibilities for accurate measurement of water, especially at stationary plants. The bulk of the water can be accurately measured with the sand. The remainder to be measured by the usual methods is small enough that the problem is much simplified.

It seems evident from the improvements already made, that water measuring devices accurate under all usual conditions will soon be developed. Accurate water measurement will not be of much value unless account is taken of the water that comes with the aggregates, and that which is lost by absorption into the stone. In order to fully control water content it is necessary to have the inspector in charge of the proportioning plant equipped with the necessary laboratory outfit for making determinations of these factors and making corrections therefor. The technic for so doing has not as yet been thoroughly developed, but in the writer's opinion, it is an imperative necessity. For water control small changes in the moisture content of the aggregates have a relatively large effect upon the result and the drying method

for determination of moisture is too slow. The displacement method for determination of moisture in sand and moisture absorbed by aggregate is rapid, and when the technic of the test is developed so that the operator can be sure no air is trapped during the operation, will be accurate and usable. A method for this determination was adopted as tentative by the American Society for Testing Materials at the 1927 meeting.

Loss of mixing water through absorption by the aggregate may vary from nothing to a very appreciable amount depending upon the porosity of the material. Probably most materials come to the job already containing practically all of the moisture they will take up, and for such no correction will be found necessary. Certain sandstones and limestones will however take in additional moisture. In such cases it will be necessary to determine the additional absorption of the stone for the period of time covering the mixing and placing, and make the necessary addition to the amount of water to be measured. In most cases this correction would not need to be determined very frequently. It should be remembered that the absorption of such stones from a dried condition will not be of much value in making such corrections. The technic of such tests also needs study and development.

Adequate water control requires that matters be so arranged that the inspector in charge of the proportioning plant can keep close track of the moisture factors involved, and can notify the inspector in charge at the mixer when and how much to change the tank measurement.

Measurement of Aggregates

Inasmuch as the aggregates usually carry considerable quantities of water, accurate measurement is necessary both to maintain the proper water-cement ratio, and in the general interest of uniformity.

The measurement of sand by loose volume is difficult because of the wide variation in bulk due to moisture and to the manner in which the measure is filled. Figure 11 illustrates the effect of moisture upon bulk of sand. The volume of sand is approximately constant when dry. Therefore proportions to mean anything must be based upon a dry condition, and in actual measuring corrections must be made for the expected bulking. Since the bulking also depends upon the manner of filling the measure, this correction will never be better than an approximation. Undoubtedly in the interests of uniformity, the actual volume of material in all batches should be the same, and it would seem that in order to accomplish this, more accurate methods of measurement should be used.

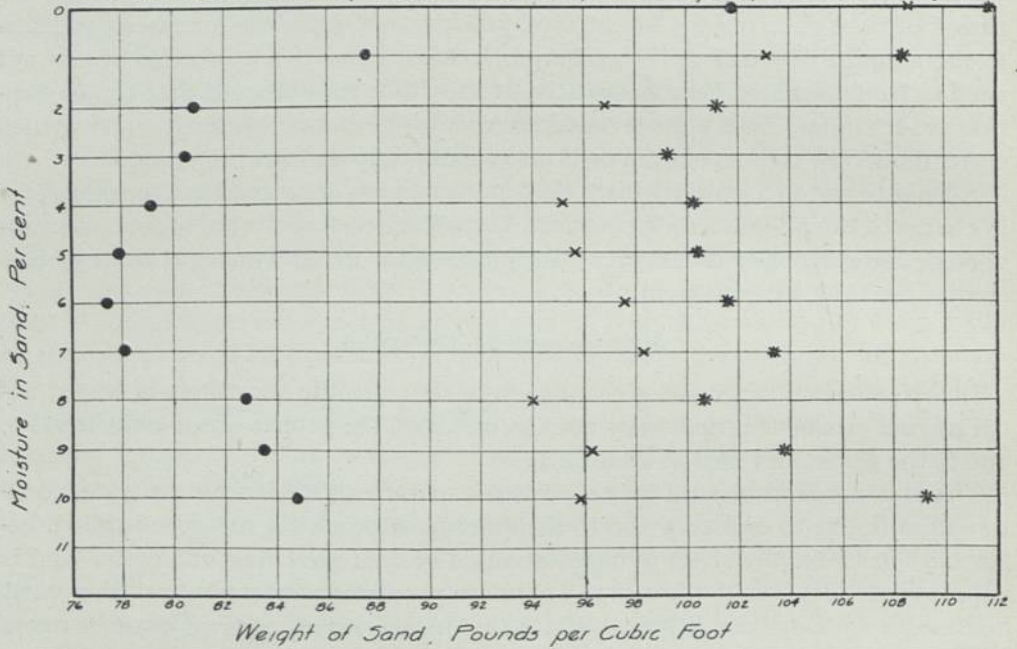
Two methods are available for accurate measurement of sand, inundation and direct weighing. It is known that sand measured under water will yield the same absolute volume of sand grains per unit of volume as dry sand. The inundation method of measurement can therefore be used to give definite quantities of sand and water per batch. The method was first described by R. L. Bertin in the American Society for Testing Materials Proceedings for 1922, page 404, and has been used on many operations.

Sand can be easily weighed to a high degree of accuracy, and moisture corrections can be easily and accurately made. The equipment cost is practically negligible, and there are no practical difficulties in handling the material.

Neither inundation nor weighing cause delay in production. Coarse aggregates are not subject to the bulking effect of moisture and can therefore be more accurately measured volumetrically. However, greater accuracy is attainable with weights, more definite records of quantities used are secured, and more accurate advance estimates of quantities are possible.

FIGURE 11

Various weights of one cubic foot of sand as affected by moisture and method of filling measure
A.S.T.M. Std. Method x, Loose without Compaction ●, Compacted by Jarring *



The advantages of accurate measurements of aggregates are improved uniformity, closer control of quantities of materials; record of materials used, and lower costs.

Uniformity

One of the most serious criticisms of our concrete pavement work is the lack of uniformity in the quality of the concrete. There are of course a number of factors upon which the uniformity depends. Undoubtedly the accuracy of measurement of the various ingredients is one factor of major importance, and although improvement in this one thing will not entirely solve the problem, the problem cannot be solved until the materials are measured with uniform accuracy.

Composition

The Iowa Highway Commission has for several years studied the composition of the concrete in the roads by making sieve analyses of samples taken once each day from the pavement concrete while yet wet. The cement is removed by washing and the aggregate, dried and screened. Figure 12 shows these sieve analyses plotted for each day's run through a paving operation in 1921, and is typical of results secured by volumetric measurements, under first class inspection.

According to the specifications, the aggregate should have contained 34 per cent sand. The sand being that part passing the No. 4 sieve having 0.185 inch square openings. As shown by the diagram of sieve analyses (Fig. 12) the sand in the mixes actually ranged from 18 to 50 per cent. Figure 13 is typical of results secured since actual weighing was introduced in 1924. The sand content ranging only from 30 to 41 per cent. This is not perfect, but is undoubtedly an improvement.

Cement Content

One effect of correcting the batches for the moisture present in the aggregates is to reduce the variation in cement, and aggregates due to uncorrected moisture or in other words to make the yield more uniform. The estimated quantities of cement and aggregates are usually based upon dry materials, and therefore in measuring by volume, moisture, especially in the sand, will increase the cement per cubic yard and decrease the yield. In weighing, however, the batch weights can be corrected for the moisture in the aggregates and the yield per barrel of cement kept more constant. The Iowa experience is as follows:

Out of 41 contracts during 1920 to 1923, aggregates measured by volume, the maximum average excess of cement over the estimated quantity for a season's work on one job was 10.80 per cent, the minimum was less than the estimate by 1.8 per cent, and the average excess for all jobs was 2.00 per cent. Out of 23 contracts during 1924 and 1925, aggregates weighed, the maximum excess in cement was 3.6 per cent, the minimum 0.3 per cent and the average for all jobs was 1.8 per cent. Variations in slab thickness will always cause variations in recorded cement content per unit of volume, and under rigid inspection the tendency will be to exceed the estimate. Data for 1926 are not shown for the reason that on account of the extraordinarily wet season, most of the contracts showed an unusually large excess in materials, due to great difficulty in building subgrade. It would appear from the above data that some improvement in uniformity was made. These data are presented graphically in Figure 14.

Material Record

A valuable result from weighing the materials is an accurate record of the amount of material actually used in the structure. Since such materials are customarily bought and sold by weight, such a record should be of great value, especially to the contractor. At several times in the past few years, settlements between the Iowa Highway Commission, contractors, material producers, and carriers would have

Figure 12

Sieve analyses of aggregates recovered from daily samples of wet concrete. One paving mixer. One season.
Volume Measurement

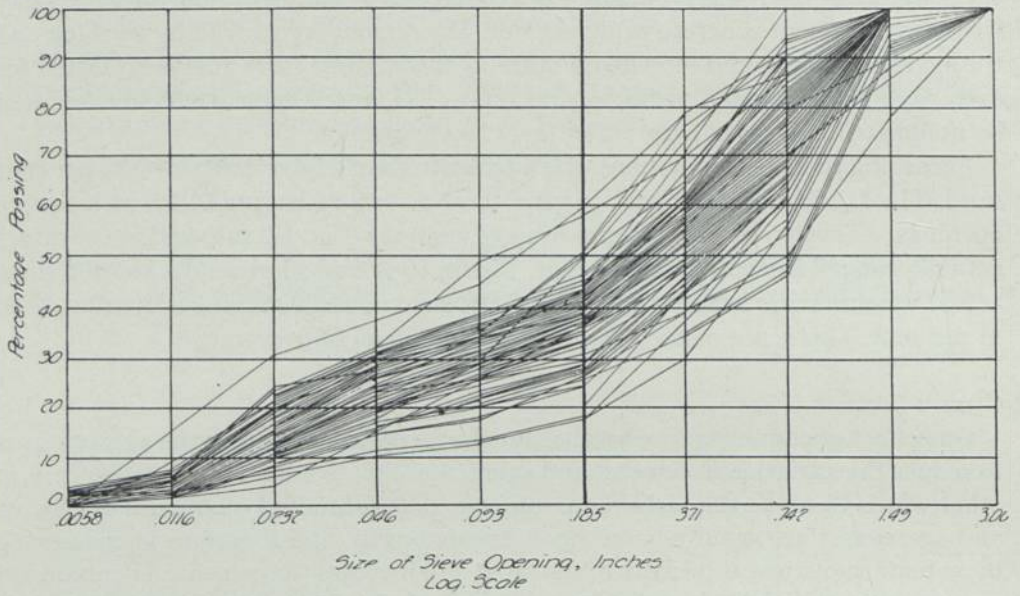
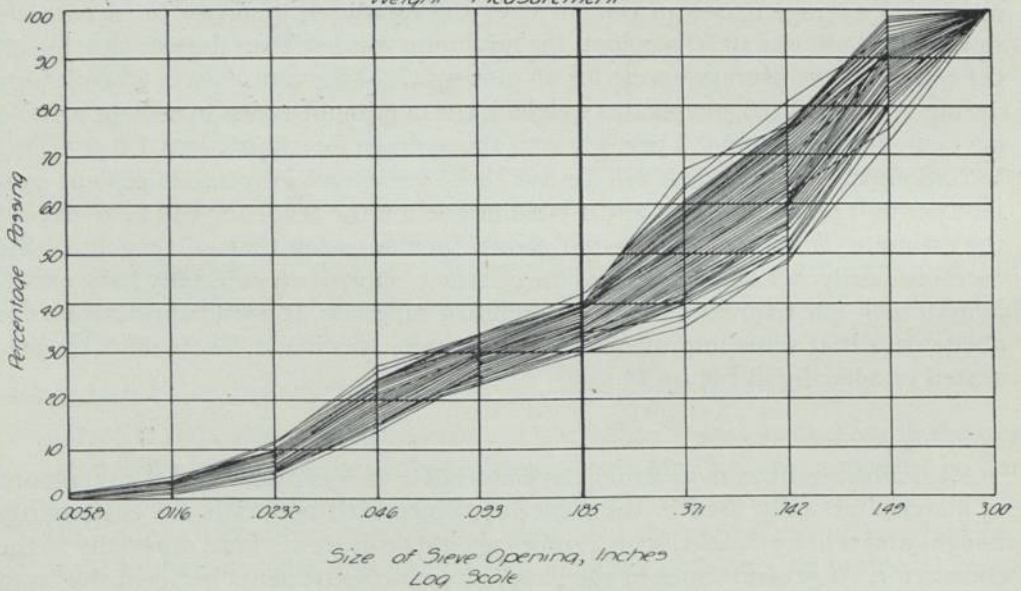


FIGURE 13

Sieve analyses of aggregates recovered from daily samples of wet concrete. One paving mixer. One season.
Weight Measurement

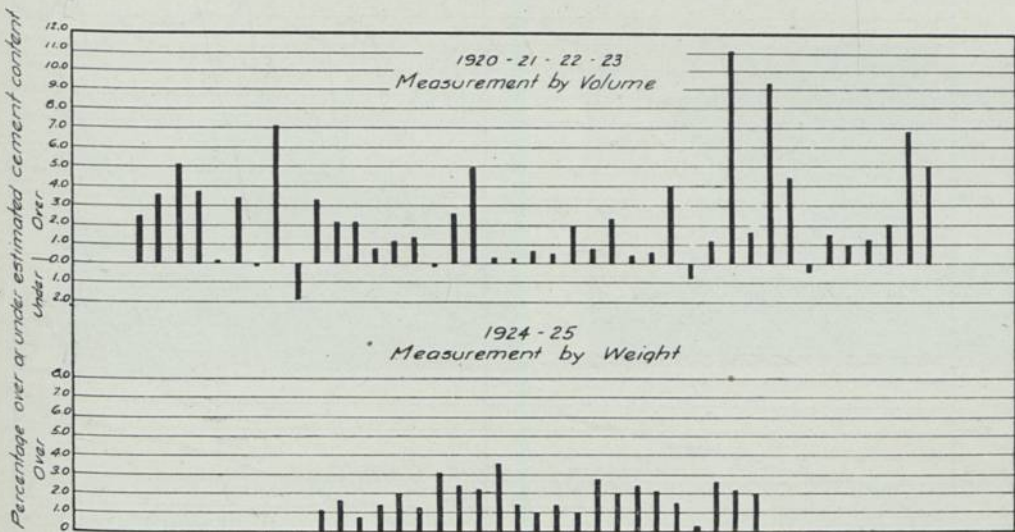


been greatly facilitated had such a record been available. In one case, a paving contractor was billed for sand and gravel and freight at such a rate that every cubic yard of concrete he made would have contained 3,900 lb. of sand and gravel. In the proportions specified, this would have meant the production of concrete 105 per cent dense. The producer of the material recognized this absurdity and settled for a more reasonable amount, but this settlement was on a guess and not based on facts as it would have been had the material been weighed when mixed.

Uniform yield, and an accurate material record are of great importance to the

FIGURE 14.

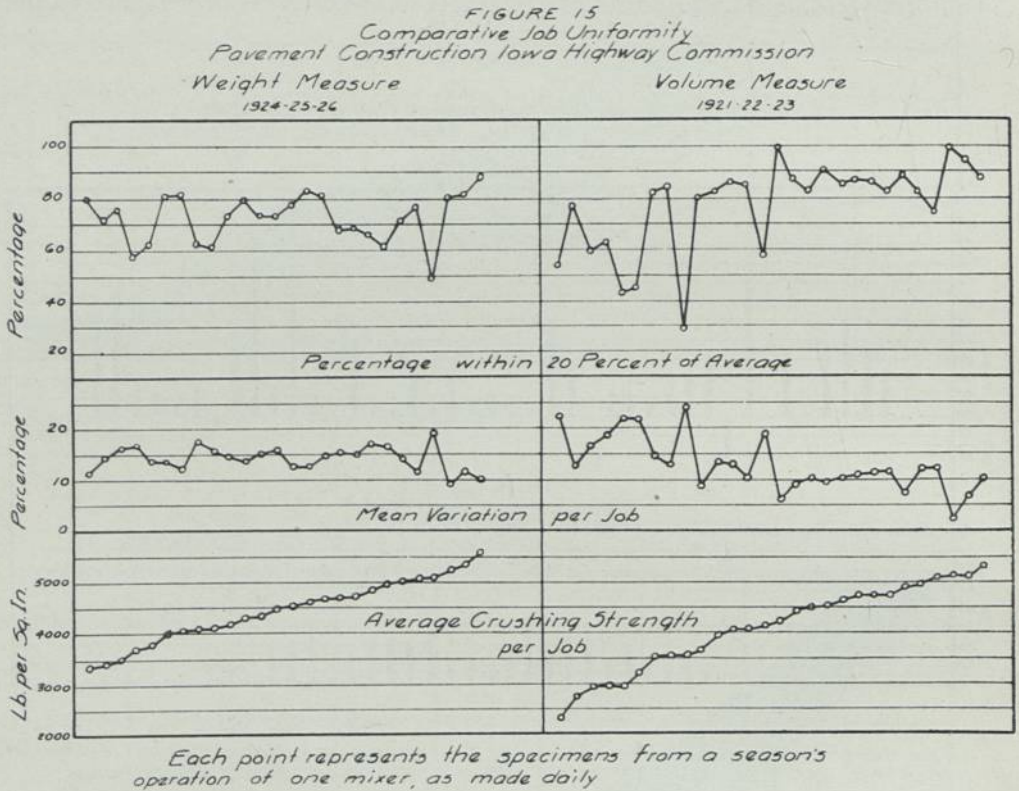
*Effect of Weighing Aggregates upon Cement Content
Pavement Construction Iowa Highway Commission*



The length of each line designates the percentage of cement greater or less than the estimated quantity for a season's operation of one mixer crew.

contractor, and there is no question, but that the realization of these advantages will result in closer bidding with consequent reduction in cost to the owner. Any elimination of construction uncertainties is bound to have this effect. The method is therefore justified without reference to the quality of the concrete. However, since it must be admitted that accurate and uniform measurement of materials is the basis for uniform concrete, some improvement in uniformity of concrete by means of weight measurements should result. Examination of the tests of cylinders made from day to day upon a large number of paving jobs indicate this improvement to a limited extent only. The same range of strengths in individual specimens appears in the weighed aggregate jobs as in those in which the aggregates were measured by volume. However, comparison of the average strengths of all of

the different jobs on Iowa highways from 1921 to 1926 indicates more uniform results for weighing as respects job averages. These data are shown in Figure 15. Also the percentage of specimens from the various jobs falling within 20 per cent of the average strength appears to be the more uniform for the weighed aggregate jobs. It would appear from study of these data that there must be some other variation in uniformity of measurement that affects the uniformity of the strength. With the cement and aggregates accounted for, it is obvious in order to secure the full bene-



fit of the improved methods described, refinement must be made in the control of the water of the batches.

Difficulty is sometimes met in the use of coarse aggregate from large stockpiles, due to segregation of sizes. If the aggregate is weighed the same absolute volume of particles will be put in each batch irrespective of grading. If the mix is so designed that the mortar will more than fill the voids in the worst combination of sizes to be expected in the coarse aggregate, the strength will not be affected by the stockpile variation. There may be some effect upon workability. If considerations of economy require the use of a minimum proportion of mortar, the stock pile variation of the coarse aggregate may cause trouble. In such a case volumetric measurement of the coarse aggregate would roughly compensate for the effect of segregation, for

with an increase in voids, less total stone would go into the batch. The advantage of definite batch composition and yield would be lost in this case.

A much more definite method would be to supervise the building of the stock pile so that segregation could be kept within allowable limits. Upon important work it is possible that it may be found worth while to separate the coarse aggregate into several sizes. A complete discussion of this problem would involve considerations of economy rather than quality and is therefore without the scope of this paper.

Apparatus

Several arrangements of weighing apparatus have been successfully used. Simple field built bins and hoppers used with ordinary platform or mill scales, have been



FIG. 16

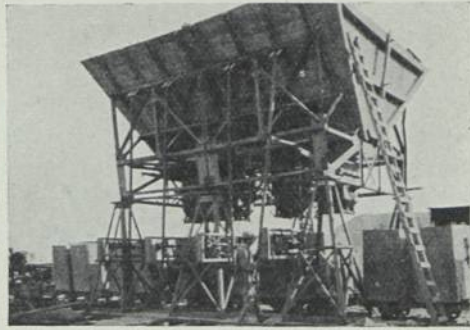


FIG. 17

used as well as permanent equipment designed and built by manufacturers of paving equipment.

Four general types are in use as follows:

1. Bottom dumping hopper on lever weighing system with direct reading dial scale.
2. Batcher device adapted to weighing system, usually with pipe lever scales.
3. Bottom dumping hopper on platform scales.
4. Side dumping hopper on platform scales.

Stationary scales.

Movable scales for loading industrial railway boxes.

In the experience of the Iowa Highway Commission those installations have been found most satisfactory, which are so arranged that the scale beam and operator are at the same elevation as the weighing hopper, and so that the operator can observe the inside of the hopper and easily remove excess material if necessary.

Figure 16 illustrates the simplest type of installation for loading trucks and Figure 17 illustrates the use of a battery of four suspended hoppers for loading industrial railway trains.

DISCUSSION

Mr. BAKKER, Engineer, Rotterdam

Have no difficulties been met with in America at the application of the sand-inundator, consisting therein, that the cement packs together by the moist sand, and that trouble is caused by a too great quantity of water in the mortar.

Answer of mr. CRUM

Moisture in sand is indeed most troublesome. A too great quantity of water may be avoided by scrupulously weighing materials, because only the difference between the weight of the sand and the water must be taken into account.

UBER DIE METHODEN ZUR GÜTEBEWERTUNG VON ZEMENT

von

DR. HAEGERMANN
Berlin-Karlshorst

M. H!

Seit der letzten Tagung des alten Internationalen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik haben die Eigenschaften der Portlandzemente bedeutende Gütesteigerungen erfahren, die in vielen Ländern z.B. Deutschland, Holland, Schweden, Österreich zu einer Klasseneinteilung geführt haben, und zwar in normale und hochwertige Portlandzemente bzw. Edelizeimente, wie sie in Holland Spezialzemente in Schweden oder frühhochfeste Portlandzemente in Österreich genannt werden.

In Hinblick auf diese Fortschritte, die sich im besonderen auf die Festigkeiten beziehen, müssen wir uns die Frage vorlegen, ob die Ergebnisse, die nach den verschiedenen Prüfungsverfahren erhalten werden, die Eigenschaften richtig zum Ausdruck bringen, und weiter, innerhalb welcher Streugrenzen die Ergebnisse liegen.

In Übereinstimmung mit dem Verein Deutscher Portland Cement-Fabrikanten habe ich zwei Portlandzemente und zwar einen nach deutschen Begriffen normalen und einen hochwertigen welche mit A und B bezeichnet sind, an verschiedenen Prüfungsstellen in Belgien, Deutschland, England, Frankreich, Holland, Österreich, Schweiz und den Vereinigten Staaten von Amerika prüfen lassen, um so ein Bild von der Geeignetheit und Genauigkeit der verschiedenen Prüfungsmethoden zu erhalten.

Die Versuchsanstalten, die sich hieran beteiligt haben, sind:

Prüfungsanstalten:

Abkürzung:

Belgien:

Ministère des Chemins de Fer, Marine, Postes et Télégraphes, Banc d'épreuve de l'Etat, *Malines*.
Laboratoire d'Essai de Matériaux de l'Ecole Militaire,
Brüssel

Malines.
Brüssel.

Deutschland :

Staatliches Materialprüfungsamt, <i>Berlin-Dahlem.</i>	Dahlem.
Bautechnisches Laboratorium der Technischen Hochschule <i>München.</i>	München.
Materialprüfungsanstalt an der Techn. Hochschule <i>Stuttgart.</i>	Stuttgart.
Laboratorium des Vereins Deutscher Portland-Cement Fabrikanten, <i>Berlin-Karlshorst.</i>	Karlshorst

England :

Henry Faija & Co., London, Marsham Street 78, Westminster.	Faija.
R. H. Harry Stanger, London, Broadway House, Westminster.	Stanger.

Frankreich :

Durch freundliche Vermittlung des Herrn Ingen. Candlot, Paris: Ministère des Travaux Publics Ecole nationale des Pont et Chaussées, <i>Paris.</i>	Ponts et Chaussées.
Ministère de l'Instruction Publique et des Beaux-Arts Conservatoire national des Arts et Métiers, Paris.	Arts et Métiers.

Holland :

Koning & Bienfait, Amsterdam, Da Costakade 104.	Amsterdam.
---	------------

Österreich :

Stadtbauamt Wien, Prüfungsanstalt für Baustoffe, 1. Rathaus, <i>Wien.</i>	<i>Wien Rathaus.</i>
Perlmooser Cement fabrik A.-G. (vorm. Angelo Saullich) Perlmoos.	Perlmoos.

Schweiz :

Eidgen. Materialprüfungsanstalt an der Eidgen. Techn. Hochschule, <i>Zürich.</i>	Zürich.
Aargauische Portlandzementfabrik, Holderbank-Wildegg.	Holderbank.

Vereinigte Staaten von Amerika :

Research Laboratory of the Portland Cement Association, 33 Grand Avenue, <i>Chicago.</i>	Chicago.
Bureau of Public Roads (United States Departement of Agriculare) <i>Washington.</i>	Washington.

Es sind, wie Sie aus der Aufzählung ersehen, Prüfungsanstalten von bestem Ruf ausgewählt worden. Allen Beteiligten sei auch an dieser Stelle für die Mitarbeit bestens gedankt.

TABELLE I
Abbindeverhältnisse. Zement „A“

Prüfungsstelle.	Wasserzusatz %	Erhärtungs- Beginn Std. Min.	Abbindezeit Std. Min.	Temp. der Luft
<i>Belgien.</i>				
Brüssel		12.—	14.—	
Malines		11.50	14.50	
<i>Deutschland.</i>				
Dahlem	24	10.—	15.—	19,8° C.
Karlshorst	23,5	9.—	12.—	20,0° C.
<i>England. Fajja</i>				
Stanger		1.30	4.—	
		5.40	7.25	
<i>Frankreich.</i>				
Ponts et Chaussées				
<i>a.</i> in feuchter Luft		9.—	14.—	
<i>b.</i> in Wasser von 15°	23.5	10.25	18.—	15° C.
Arts et Métiers				
<i>a.</i> in feuchter Luft		8.—	12.—	
<i>b.</i> in Wasser von 15°	24.0	11.—	18.—	15° C.
<i>Holland.</i>				
Amsterdam	25	9.12	12.32	17,0° C.
<i>Österreich.</i>				
Wien-Rathaus	26	2.40	5.10	18,0° C.
Perlmoos	25	5.05	9.45	
<i>Schweiz.</i>				
Zürich	22,75	9.45	20.—	17,2° C.
Holderbank		5.—	15.—	
<i>Vereinigte St. v. Amerika.</i>				
Chicago	22	6.35 9.35	12.40 13.40	
Washington	22,6	3.40	7.10	

Bevor ich zu den Prüfungsergebnissen übergehe will ich in grossen Zügen einen Überblick über die wesentlichsten Prüfungsmethoden geben.

Für die Bestimmung der Abbindezeit ist in allen Ländern die Vicatnadel in Anwendung, mit einem Nadelgewicht von 300 g. und einem Nadelquerschnitt von 1 qmm. In den Verein. Staaten von Amerika ist neben der Vicatnadel noch die Gillmore-Nadel in Gebrauch, die sich im Nadelquerschnitt und in dem Nadelgewicht von der Vicatnadel unterscheidet. Da beide Apparate normengemäss sind, so soll

¹⁾ Vicat-Nadel Gillmore-Nadel

auf Abmessungen und Gewicht der Gillmore-Nadel nicht weiter eingegangen werden.

Ich glaube mit Ihnen einig zu gehen, wenn ich darauf hinweise, dass die Bestimmung der Abbindezeit mit der Vicatnadel eine individuelle Methode darstellt, die

TABELLE II
Abbindeverhältnisse Zement „B“

Prüfungsstelle	Wasserszusatz %	Erhärtungs- Beginn Std. Min.	Abbindezeit Std. Min.	Temp. der Luft
<i>Belgien.</i>				
Brüssel		5.—	6.45	
Malines		3.45	6.30	17,0° C.
<i>Deutschland.</i>				
Dahlem	24	4.30	7.15	19,8° C.
Karlshorst	24,5	3.45	6.45	20,0° C.
München	26,0	4.40	7.20	20,0° C.
Stuttgart	30,7	3.20	8.40	17,8° C.
<i>England.</i>				
Faija		1.30	3.30	
Stanger		3.10	4.45	
<i>Frankreich.</i>				
Pontsett Chaussées				
a. in feuchter Luft	25,0	3.15	5.30	
b. in Wasser von 15° C.		4.20	7.—	15,0° C.
Arts et Métiers				
a. in feuchter Luft	24,5	3.15	6.—	
b. in Wasser von 15° C.		4.30	10.—	15,0° C.
<i>Holland.</i>				
Amsterdam	25	3.33	6.13	17,0° C.
<i>Österreich.</i>				
Wien-Rathaus	29,5	1.50	3.50	19,0° C.
Perlmoos	25,0	2.15	5.—	
<i>Schweiz.</i>				
Zürich	23	4.—	9.	17,2° C.
Holderbank	24,5	3.40	10.—	
<i>Vereinigte St. v. Amerika.</i>				
Chicago	23,5	Vicat. 2.20	Gilm. 4.25	Vicat. 5.30 Gillm. ¹⁾ 6.20
Washington	23,0		2.45	6.05

¹⁾ Vicat-Nadel, Gillmore-Nadel

aus diesem Grunde auch Ungenauigkeiten in den Ergebnissen mit sich bringt, ganz abgesehen von den Einflüssen, welche die Temperatur, die Luftfeuchtigkeit, der Wasserzusatz ausüben.

Die Tabellen I und II zeigen Ihnen die Prüfungsergebnisse; ich möchte nicht verfehlen darauf hinzuweisen, dass zwei verschiedene Zemente gewählt wurden, um vor Zufälligkeiten, wie Umschlagen u.a. gesichert zu sein.

TABELLE I

Der Wasserzusatz bei Zement A. schwankt zwischen 22 % und 26 %. Man sollte annehmen, dass der höhere Wasserzusatz die Abbindezeit verlängern würde. Das ist aber bei den vorliegenden Ergebnissen nicht der Fall, im Gegenteil ist der Abbindebeginn früher beobachtet worden. Der Charakter dieses Zementes ist der eines sehr langsam abbindenden. Er kommt zum Ausdruck bei den Ergebnissen, die in Deutschland, Belgien, Holland, Frankreich, Schweiz erhalten wurden. Den Charakter eines Zementes mit mittlerer Abbindezeit haben die Prüfungsstellen Perlmöoser C. F. und Stanger festgestellt; die kürzeste Abbindezeit fand die Prüfungsstelle Faya. — Wien-Rathaus und Washington nähern sich diesem Ergebnis.

Man ist geneigt anzunehmen, dass der von Faya untersuchte Zement umgeschlagen sei; dies scheint aber in Wirklichkeit nicht der Fall zu sein, denn zunächst sind die Zemente an Faya und Stanger mit der gleichen Post abgesandt worden, beide Firmen haben ihren Sitz in London-Westminster und ausserdem wiederholt sich das gleiche Bild bei dem Zement B. Ich weise schon jetzt auf die merkwürdige Tatsache hin, dass in den Prüfungsergebnissen der einzelnen Anstalten ein gewisses System liegt; beispielsweise findet Karlshorst etwas kürzere Abbindezeit als Dahlem, Wien-Rathaus und Faya fallen besonders aus dem Rahmen, in Zürich ist das Ende der Abbindezeit später festgestellt worden als in Berlin.

Betrachten Sie die Abbindeverhältnisse des Zementes B so finden Sie in fast allen Fällen ganz gleichartige Unterschiede in den Ergebnissen.

TABELLE II

Der Wasserzusatz schwankt auch bei dem Zement B recht erheblich, nämlich zwischen 23 % bis 30,7 %, ohne dass man die Höhe desselben mit den Ergebnissen in Beziehung bringen kann.

M. H. Hier liegt ein reiches Arbeitsgebiet des Internationalen Verbandes vor, nämlich in der Ausarbeitung von Methoden zur Bestimmung der Abbindezeit, damit so schroffe Unterschiede in den Ergebnissen wie sie diese Vergleichsprüfung zeigt, ausgeschaltet werden.

Die Ergebnisse über die Prüfung der Raumbeständigkeit und Mahlfineinheit zeigen — soweit standardisierte Methoden in Anwendung gekommen sind, keine bedeutenden Abweichungen; ich lasse sie deshalb hier fort.

Ich komme nunmehr zu den wichtigsten Eigenschaften der Zemente, zu den

Festigkeiten. Nur wenige Länder gibt es, in denen die Art der Anfertigung der Probekörper eine weitgehende Übereinstimmung zeigt, wie beispielsweise die Gruppe Deutschland-Dänemark-Schweden-Norwegen. — Hierneben hat fast jedes Land seine eigenen Methoden, die sich durch die Art der Einschlagarbeit, der Mischweise des Mörtels, der Höhe des Wasserzusatzes, den Normensand, die Form der Probekörper, die Lagerart der Probekörper u.s.w. unterscheiden.

Ganz allgemein lassen sich folgende Hauptarten der Anfertigung der Probekörper erkennen:

1. Einschlagen mit dem Hammerapparat von Böhme. Beispiel: Deutschland.
2. Einschlagen mit der Ramme von Klebe,
hierbei sind drei verschiedene Arbeitsweisen für die Anfertigung von Druckkörpern in Anwendung, unterschieden durch die Anzahl Schläge, das Gewicht des Rammklotzes und die Hubhöhe des Rammklotzes.

Beispiele:

	Holland u. Belgien	Österreich	Schweiz.
<i>A. Druckproben</i>			
Gewicht d. Klotzes	3	3,2	3
Hubhöhe in cm.	50	50	50
Anzahl Schläge	150	150	160
<i>B. Zugproben</i>			
Gewicht d. Klotzes	2	2	2
Hubhöhe in cm.	25	25	25
Anzahl Schläge	120	120	120

3. Anfertigung mit dem Spatel. Beispiel: England.
4. Anfertigung mit der Kelle. Beispiel: Frankreich.
5. Eindrücken des Mörtels mit dem Daumen. Beispiel: Verein. Staaten von Amerika.

Auf die feineren Unterschiede kann im Rahmen dieses Vortrages nicht eingegangen werden.

Nach der Lagerart und Lagerdauer lassen sich folgende Gruppen unterscheiden, nämlich:

- 7 und 28 Tage Wasserlagerung
- 7 und 28 Tage Wasserlagerung und 28 Tage kombin. Lagerung,
hochwertige Zemente werden ferner noch nach
- 2 bzw. 3 Tagen geprüft,
- 2 und 7 Tage Wasserlagerung (Fortfall der 28 Tagesprobe).

Die Prüftermine sind von grösster Bedeutung für die Beurteilung der hochwertigen Zemente, denn Hochwertigkeit bedeutet hohe Anfangsfestigkeit oder hohe

TABELLE III
Zugfestigkeiten Zement „A“

Prüfungsstelle	Wasser- Zusatz %	Wasserlagerung				Komb. Lag. 28 Tage
		2 Tage	3 Tage	7 Tage	28 Tage	
<i>Deutschland.</i>						
Dahlem	8,5			35,0	37,7	46,1
Karlshorst	8,5			31,4	34,5	43,0
<i>Belgien.</i>						
Brüssel				31,6	35,0	
Malines	7,0			30,5	35,3	
<i>Holland.</i>						
Amsterdam	8,0			36,7		
<i>Österreich.</i>						
Wien-Rathaus	7,0	28,9	31,6	35,7		
Perlmoos	7,0	30,0		33,5		
<i>Schweiz.</i>						
Zürich	9,3		25,6	34,1	45,3	
Holderbank	9,5	22,7	30,1	37,5	37,7	
<i>Frankreich.</i>						
Ponts et Chaussées						
<i>a.</i> 1 : 3	10,2			26,7	32,9	
<i>b.</i> reiner Zement	23,5			51,3	59,7	
Arts et Métiers						
<i>a.</i> 1 : 3	10,5			32,7	36,8	
<i>b.</i> reiner Zement	24,0			67,2	60,5	
<i>England.</i>						
Faija						
<i>a.</i> 1 : 3	7,5			571 (40,1)	579 lbs/Zoll ² (40,7) kg/qcm.	
<i>b.</i> reiner Zement	20,0			1016 (71,4)		
Stanger				482	567 lbs/Zoll ²	
<i>a.</i> 1 : 3	7,75			(33,9)	(39,9) kg/qcm.	
<i>b.</i> reiner Zement	21,0			1063 (74,7)		
<i>Vereinigte Staaten von Amerika.</i>						
Chicago	10,2	1 Tag 100 (7,0)	285 (20,0)	375 (26,4)	420 lbs/Zoll ² (29,5) kg/qcm.	
Washington				330 (23,2)	385 lbs/Zoll ² (27,1) kg/qcm.	

Soweit nicht näher bezeichnet, beziehen sich die Zahlen auf Festigkeiten in kg/qcm und Mörtelmischung 1 : 3.

TABLE IV
Zugfestigkeiten Zement „B“

Prüfungsstelle	Wasser- Zusatz %	Wasserlagerung				Komb. Lag. 28 Tage
		2 Tage	3 Tage	7 Tage	28 Tage	
<i>Deutschland.</i>						
Dahlem	8		36,6	40,1	42,8	49,2
Karlshorst	8		35,4	36,2	38,5	48,0
München	8		36,4	37,5	39,9	51,3
Stuttgart	8		41,2	42,5	44,2	56,3
<i>Belgien.</i>						
Malines	7			43,8	43,9	
Brüssel				41,0	42,9	
<i>Holland.</i>						
Amsterdam	8		36,9	44,6		
<i>Österreich.</i>						
Wien-Rathaus	6,8	40,3	41,6	44,2		
Perlmoos		43,5		38,9		
<i>Schweiz.</i>						
Zürich	9,2		39,2	45,2	48,6	
Holderbank	9	39,5	41,8	40,0	40,5	
<i>Frankreich.</i>						
Ponts et Chaussées						
a. 1 : 3	10,5			26,5	39,0	
b. reiner Zement	25,0			47,5	56,1	
Arts et Métiers						
a. 1 : 3	10,4			36,2	39,3	
b. reiner Zement .	24,5			66,0	71,8	
<i>England. Faija</i>						
a. 1 : 3	7,71			657 (46,2)	665 lbs. (46,6) kg/qcm.	
b. reiner Zement .	20,83			964 (67,8)		
Stanger						
a. 1 : 3	8,5			615 (43,2)	647 lbs. (45,5) kg/qcm.	
b. reiner Zement .	22,5			1168 (82,1)		
<i>Vereinigte Staaten von Amerika.</i>						
Chicago	10,4	1 Tag 355 (24,9)	385 (27,1)	435 (30,6)	450 lbs. (31,6) kg/qcm.	
Washington				395 (27,7)	450 lbs. (31,6) kg/qcm.	

Soweit nicht näher bezeichnet, beziehen sich die Zahlen auf Festigkeiten in kg/qcm. und Mörtelmischung 1 : 3.

Festigkeit nach 2 bis 3 Tagen. Nach längerer Zeit findet ein gewisser Ausgleich statt, der einen einwandfreien Vergleich nicht mehr zulässt.

Auch in der Probenart bestehen Unterschiede, so ist z.B. in England und in den Verein. Staaten von Amerika nur die Zugprobe vorgesehen, in den meisten anderen Ländern daneben auch noch die Druckprobe; ja in Deutschland galt seit dem Jahre 1909 nur die Druckprobe als die massgebende Probe.

Die Zugprobe allein gibt kein klares Bild von den Eigenschaften eines Zementes, und aus diesem Grunde sollten beide Probenarten zur Anwendung gelangen.

Die Abmessungen der Probekörper:

A, Druckproben: Würfel von 7,07 cm. Kantenlänge = 50 qcm. Fläche, z.B. Deutschland, Belgien, Holland, Österreich, Schweiz.

Würfel von 4 cm. Kantenlänge z.B. Frankreich. (Cylinder 2" × 4" inoffizielle Druckprobenform in den Verein. Staaten.)

B. Zugproben: 8 = Form mit 5 qcm. Zerreißfläche z.B. Belgien, Deutschland, Frankreich, Holland, Österreich, Schweiz.

Zerreißfläche 1 Quadratzoll aber unterschiedlich in der Form: England und Verein. Staaten v. Amerika.

Als Mörtel wird eine Mischung 1 Zement : 3 Normensand verwendet; in einzelnen Ländern beispielsweise in England und Frankreich wird ausserdem reiner Zementmörtel geprüft.

Der Normensand verschiedener Länder weist neben gewissen Unterschieden in der Oberflächenbeschaffenheit des Kornes und der chemischen Zusammensetzung auch noch Unterschiede in der Wahl der Korngrößen auf, z. B. Deutschland, Österreich, Holland:

Rückstand zwischen den Sieben mit runden Löchern von 0,775 und 1,350 mm. ø Belgien, Schweiz:

Rückstand zwischen den Sieben mit 64 und 144 Maschen/qcm. (Drahtdicke 0,4 bzw. 0,3 mm.)

England, Ver. Staaten v. Amerika:

Rückstand zwischen den Sieben von 20 × 20 Maschen und 30 × 30 Maschen auf 1 Quadratzoll (Drahtdicke 0,0164" bez. 0,0108").

Frankreich:

Mischung gleicher Teile der Rückstände zwischen Sieben mit folgenden Maschenweiten 2,0 — 1,5 mm.

1,5 — 1,0 „

1

Reiner Zementbrei soll in der Praxis nicht verarbeitet werden; Prüfungsergebnisse mit reinem Zementbrei gestatten aber auch keine Rückschlüsse auf die Sandfestigkeit der betreffenden Zemente. Es ist früher schon oft die Beobachtung gemacht worden, dass grobgemahlene Zemente hohe Zugfestigkeiten bei Prüfung des reinen Zementbreies und niedrigere Zugfestigkeiten bei Prüfung in Mischung mit Sand ergeben, und umgekehrt fein gemahlene Zemente geringere Zugfestigkeit

des reinen Mörtels und hohe des Sandmörtels. Die nachfolgenden Prüfungsergebnisse bestätigen wiederum diese Beobachtung.

TABELLE V
Druckfestigkeiten. Zement „A“

Prüfungsstelle	Wass. Zusatz %	Wasserlagerung				Komb. Lag. 28 Tage
		2 Tage	3 Tage	7 Tage	28 Tage	
<i>Deutschland.</i>						
Dahlem	8,5			435	536	576
Karlshorst	8,5			479	580	622
<i>Belgien.</i>						
Brüssel				601	700	
Malines				560	624	
<i>Holland.</i>						
Amsterdam	8,0			376		518
<i>Österreich.</i>						
Wien-Rathaus	7,0	299	348	427		
Perlmoos		357		504		
<i>Schweiz.</i>						
Zürich	9,3		289	481	592	
Holderbank	9,5	229	297	462	582	
<i>Frankreich.</i>						
Ponts et Chaussées						
a. 1 : 3	10,2			179	367	
b. reiner Zement	23,5			584	654	
Arts et Métiers						
a. 1 : 3	10,3			270	375	
b. reiner Zement	24,0			887	1058	
<i>England.</i>						
Faija						
Stanger						
<i>Verein. Staaten von Amerika.</i>						
Chicago	10,2			2830	3810 lbs. 2'' × 4''	
Washington					Zyl.	

Soweit nicht näher bezeichnet, beziehen sich die Zahlen auf Festigkeiten in kg/qcm. und Mörtelmischung. 1 : 3.

Die Hersteller wie Verbraucher haben das grösste Interesse an einer einwandfreien Beurteilung der Zemente, wenn man jedoch die Ergebnisse der einzelnen Prüfungsstellen desselben Landes mit einander vergleicht, so muss man zu der Überzeugung kommen, dass — ganz allgemein — die heutigen Prüfungsmethoden dieser Forderung nicht voll gerecht werden.

Die Ergebnisse der Zugfestigkeiten zeigen die Tabellen III und IV.

TABELLE III

Zement A.:

Auffallend gross ist die Verschiedenheit der Wasserzusätze, auffallend hoch sind die Abweichungen in den Prüfungsergebnissen, die nach den gleichen Prüfungsmethoden erhalten sind, z.B. Dahlem und Karlshorst, Zürich und Holderbank, Faija und Stanger und die beiden französischen Prüfungsämter.

Über den Wert früher Prüfungstermine zur Beurteilung von Zementen verweise ich auf die Ergebnisse von Chicago. Bei Zement A. beträgt die Zugfestigkeit nach 1 Tag 100 lbs. = 7 kg/qcm., bei Zement B. hingegen 355 lbs. = 24,9 kg/qcm, obwohl die 7 und 28 Tage-Festigkeiten nur geringe Unterschiede aufweisen.

TABELLE IV

Bei Zement B. wiederholen sich alle bei Zement A gemachten Beobachtungen bezüglich der Schwankungen im Wasserzusatz und in den Festigkeiten. Ich weise besonders auf den Unterschied in dem Ergebnis der reinen Zementprobe von Faija und Stanger hin. Der Wert von 964 lbs. für den hochwertigen Zement B liegt übrigens niedriger als der des normalen Zementes A (1016 bzw. 1063 lbs.) Und typisch ist auch das schlechte Abschneiden der reinen Zementproben bei den französischen Prüfungsämtern, wo der Unterschied zwischen den Ergebnissen der reinen Proben und der Sandproben besonders auffallend ist.

Und nun zu den Druckfestigkeiten (Tabelle V. und VI.).

Sie sind vorgesehen in den belgischen, deutschen, französischen, holländischen, schweizerischen Normen, nicht in den englischen und amerikanischen. In Amerika wird von verschiedenen Prüfungsanstalten, wie z. B. dem Laboratorium der Portland-Cement-Association die Druckfestigkeit an $2 \times 4''$ Cylindern als nicht standardisierte Probe ausgeführt.

Die als massgebend zu beachtenden Altersklassen sind in den einzelnen Ländern verschieden; so gelten in Deutschland die 28 tägige kombin. Lagerung für gewönl. Portlandzemente, die dreitägige Wasser- und 28 tägige kombin. Lagerung für hochwertige Portlandzemente, in Belgien die 7 und 28-tägige Wasserlagerung und in Österreich prüft man nur noch nach 2 und 7 Tagen bei Wasserlagerung und hat die 28 Tagesprobe überhaupt ausfallen lassen. Wie Sie sehen, auch hier ein buntes Bild der Bewertungsart.

TABELLE V

Der Wasserzusatz schwankt in gleicher Weise wie bei den Zugfestigkeiten; bei

TABELLE VI

Druckfestigkeiten Zement „B“

Prüfungsstelle	Wass. Zusatz %	Wasserlagerung				Komb. Lag. 28 Tage
		2 Tage	3 Tage	7 Tage	28 Tage	
<i>Deutschland.</i>						
Dahlem	8		623	688	725	776
Karlshorst	8		623	650	742	801
München	8		533	622	645	682
Stuttgart	8		580	661	727	766
<i>Belgien.</i>						
Brüssel				827	861	
Malines				763	827	
<i>Holland.</i>						
Amsterdam	8		571	631		752
<i>Österreich.</i>						
Wien-Rathaus	6,8	602	632	674		
Perlmoos		524		556		
<i>Schweiz.</i>						
Zürich	9,2		583	710	773	
Holderbank	9,0	487	584	669	716	
<i>Frankreich.</i>						
Ponts et Chaussées						
a. 1 : 3	10,5			318	416	
b. reiner Zement	25,0			945	802	
Arts et Métiers						
a. 1 : 3	10,4			455	456	
b. reiner Zement	24,5			870	1131	
<i>England.</i>						
Faija						
Stanger						
<i>Verein. Staaten von Amerika.</i>						
Chicago	10,4			5830	6060 lbs. 2" × 4"	
Washington					Zyl.	

Soweit nicht näher bezeichnet, beziehen sich die Zahlen auf Festigkeiten in kg/cm. und Mörtelmischung 1 : 3.

der Anfertigung der Probekörper mit der Ramme schwankt er zwischen 7 (Österreich, Wien-Rathaus) und 9,5 v. H. (Schweiz, Holderbank) obwohl der schweizerische Normensand einen geringeren Undichtigkeitsgrad besitzt als der in Österreich verwendete deutsche Normensand. Sie finden bei dem Vergleich der Druckfestigkeiten bei Prüfung nach den Normen eines Landes stets recht erhebliche Unterschiede. Vollkommen aus dem Rahmen fällt das Ergebnis der holländischen Prüfungsstelle. Ferner stehen die Ergebnisse bei Anwendung des Hammerapparates einerseits und der Ramme andererseits nach bisherigen Erfahrungen etwa in dem Verhältnisse, wie es die belgischen Prüfungsergebnisse zeigen, d. h. mit der Raume fallen die Werte höher aus und zwar 20 bis 25 v. H. nach 7 Tagen, ca. 15 v. H. nach 28 Tagen. Sonderbarerweise bleiben die schweizerischen und österreichischen Werte hier etwa in gleicher Höhe wie die deutschen.

TABELLE VI

Was für den Zement A. gesagt wurde, gilt auch für Zement B. In den Unterschieden ist ein Parallelismus zu erkennen, der darauf hindeutet, dass in allen Normenvorschriften Lücken vorhanden sind. Diese Lücken auszufüllen muss als die wichtigste Arbeit auf dem Gebiete des Prüfungswesens angesehen werden. Man muss im allgemeinen mit Streunungen von 10 % bei den Druckfestigkeiten und 20 % bei den Zugfestigkeiten rechnen, wobei nicht verschwiegen werden soll, dass die vorliegenden Ergebnisse zum Teil noch in weiteren Grenzen schwanken.

Fasse ich kurz die Ergebnisse dieser Prüfungen zusammen, so kann folgendes festgestellt werden:

1. Starke Abweichungen in den Ergebnissen der Abbindezeit berechtigen zu der Forderung, dass die Grenzen in den Normen nicht zu eng gezogen werden. Erfüllt ein Zement bezüglich der Abbindezeit nicht die Normenvorschriften, so ist die Probe an einem anderen Tage zu wiederholen, vorteilhaft ist, eine andere Prüfungsstelle mit der Ausführung zu betrauen.

Die Ergebnisse sind zu schwankend, als dass auf Grund einer einzigen Prüfung oder der Prüfung einer Anstalt grosse Lieferungen zur Verfügung gestellt werden können.

2. Bei allen Prüfungsverfahren muss mit Schwankungen von ca. 10 % in den Ergebnissen der Druckfestigkeit und mit 20 % in denen der Zugfestigkeit gerechnet werden. Dies sollte bei der Aufstellung von Mindestfestigkeiten berücksichtigt werden. — Jedenfalls hat sich die Zugprobe als unsicherer erwiesen als die Druckprobe.

3. Vollkommen versagt haben in den vorliegenden Fällen die Proben mit reinem Zementbrei. Der grobgemahlene Zement A mit der geringeren Sandfestigkeit ergibt in der Mehrzahl der Fälle bessere Werte der reinen Zementprobe als der feingemahlene, hochwertige Zement B.

In einem Falle ist selbst ein Rückgang in der Festigkeit der reinen Probe von 7 zu 28 Tagen festgestellt worden, obwohl die Sandfestigkeit zunimmt.

Die Probe mit reinem Zementbrei erscheint für die Beurteilung von Zementen nicht geeignet.

4. Zur Feststellung der Hochwertigkeit eines Zementes sind frühzeitige Prüfungstermine erforderlich. Aus den Ergebnissen nach 7 und 28 Tagen, vor allem in Normen, die nur Zugproben vorsehen, kann die Hochwertigkeit — die im wesentlichen in der Auslösung der Erhärtungsenergie in kurzer Zeit begründet ist — nicht immer einwandfrei erkannt werden.

Es sollen also die Normen den Fortschritten in der Güte der Zemente Rechnung tragen, und zwar nicht nur bezüglich der absoluten Höhe der Festigkeitszahlen sondern auch bezüglich des Prüfungsverfahrens und der Prüfungstermine.

Sollten diese Ausführungen dazu anregen, die Prüfungsmethoden der verschiedenen Länder auf ihre Genauigkeit zu kontrollieren und Wege für die Verbesserung und Vereinheitlichung der Methoden zu suchen, so erachte ich damit ihren Zweck für erfüllt.

DISKUSSION

Herr. Ing. E. MEYER, Kopenhagen,

stellt die folgenden Fragen:

1. Sind die angeführten Proben bei derselben Temperatur ausgeführt worden?
2. Ist die kleinere Zugfestigkeit der Proben, aus reinem Zementbrei hergestellt, nicht auf später entstehende unerkennbare Schwindrisse zurückzuführen?

Antwort des Herrn Dr. HAEGERMANN

Dem Herrn Vorredner antworte ich auf seine Fragen:

1. Nach Angabe der Prüfungsanstalten betragen die Temperaturen 15—18° C.
2. Die Festigkeitsprüfungen mit reinem Zementbrei sind in England und in Frankreich ausgeführt worden; die Probekörper habe ich nicht gesehen. Es ist aber vollkommen ausgeschlossen, dass der Festigkeitsrückgang von 7 bis 28 Tagen auf der Bildung von Schwindrissen beruht. Schwindrisse können sich bei Luftlagerung, nicht aber bei Wasserlagerung bilden. Die Probekörper lagerten aber bis zu 28 Tagen in Wasser.

Es ist gerade bei feingemahlten Zementen eine häufig gemachte Beobachtung, dass die Ergebnisse der reinen Zementproben Schwankungen aufweisen. Die Probe mit reinem Zementbrei versagt in weitaus der Mehrzahl der Fälle zu einer wirklichen Gütebewertung. Diese kommt nur in den der Praxis angepassten Sandproben zum Ausdruck.

AUGMENTATION DE LA RÉSISTANCE DU BÉTON ET DU MORTIER AVEC L'ÂGE

par

PROF. ING. F. KLOKNER

Pour l'augmentation de la résistance du béton à la compression avec l'âge, on a déduit quelques formules, dont la plus connue est celle de *Bach*:¹⁾

$$K = K_1 \left[1 - \sqrt[6]{\frac{1}{mA + 1}} \right], \quad (1)$$

où K représente la résistance du béton à la compression en kilogrammes par centimètre carré,

A l'âge des cubes d'essai en mois,

K_1 et m des constantes, dépendant de la qualité des matériaux employés, du dosage, de la qualité d'eau, du mode de conservation du béton, etc.

La formule est construite pour obtenir $K = 0$ au cas où $A = 0$. Pour $\lim A = \infty$, elle donne $\lim K = K_1$, ce qui revient à dire que K_1 représente la plus grande résistance du béton après une période très prolongée.

Bach a trouvé pour une composition, en poids, de 1 ciment, 2,5 sable et 5 gravillon avec 5,7 % d'eau

$$K_1 = 786, \quad m = 9.$$

En exprimant l'âge par le nombre de jours

$$A = \frac{D}{30}$$

et pour les constantes précédentes on obtient de la relation (1).

$$K = 786 \left[1 - \sqrt[6]{\frac{1}{0,3 D + 1}} \right] \quad (2)$$

La loi de Bach est représentée graphiquement dans la figure (1), dans laquelle sont indiqués également les résultats obtenus par ses expériences.

¹⁾ Bach, Mitteilungen über die Druckelastizität und Druckfestigkeit von Betonkörpern mit verschiedenem Wasserzusatz, III. Teil, Stuttgart 1909.

Sur la base des expériences faites au *Laboratoire Fédéral d'Essais des Matériaux*

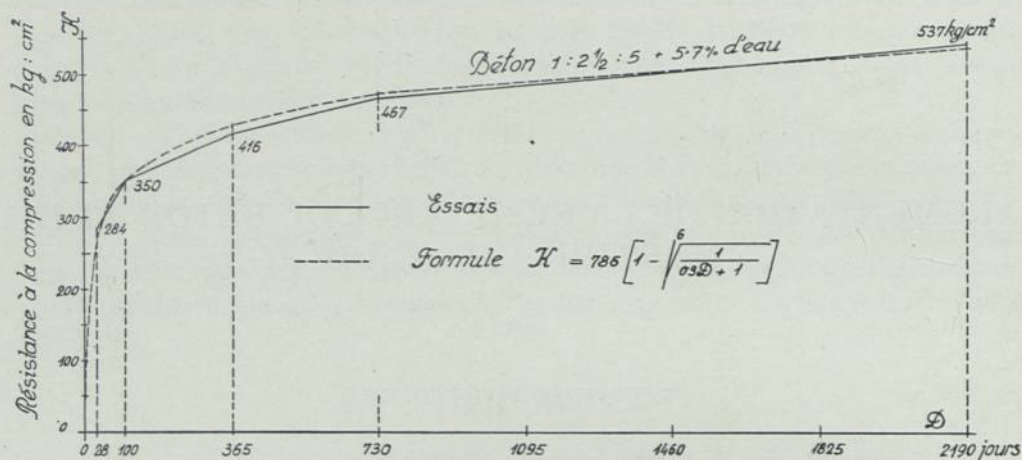


FIG. 1

annexé à l'École Polytechnique de Zurich on peut déduire la résistance des bétons de leurs résistances après vingt-huit jours par la relation ¹⁾

$$K = K_{28} \cdot \frac{a \cdot D^{2/3}}{b + D^{2/3}}, \quad (3)$$

où K_{28} représente la résistance à la compression au bout de 28 jours,

D l'âge en jours,

a , b sont des constantes dépendant de la qualité des bétons.

Pour les ciments portland normaux et à hautes résistances initiales suisses d'aujourd'hui et pour les bétons de consistance moins plastique les constantes a et b ont été déterminées de la façon suivante:

$$a = 1,40, \quad b = 3,69.$$

Les ciments suisses plus anciens (avant 1922) présentaient une augmentation de 10 jusqu'à 15 % par rapport aux ciments d'aujourd'hui.

Pour $\lim D = \infty$ il en résulte $\lim K = K_{28} \cdot a$, ce qui représente la plus grande résistance du béton.

La loi donnée par la formule (3) est démontrée par la figure 2, où l'on constate la concordance des expériences avec les calculs.

Une autre relation exprime la formule du *Bureau of Standards*

$$K_{28} = K_7 + 30 \sqrt{K_7}, \quad (4)$$

d'après laquelle on peut déterminer la résistance K_{28} après 28 jours de résistance, K_7 au bout de 7 jours.

¹⁾ Roß, Die Festigkeit des Mörtels und des Betons; Diskussions-Bericht No. 7 der Eidg. Material-Prüfungsanstalt an der E. T. M. in Zürich, 1925.

Dans cette formule les valeurs sont données en livres par pouce carré. Si l'on y substitue des kilogrammes par centimètre carré, on aura

$$K_{28} = K_7 + 7,95 \sqrt{K_7}. \quad (5)$$

Les instructions ministérielles tchécoslovaques pour les bâtiments de béton prévoient une croissance de la résistance définie par le tableau ci-après :

7 jours	65 %
21 „	85 %
28 „	90 %
42 „	100 %.

Les essais poursuivis par le *Laboratoire d'Essai des Matériaux et des Constructions*

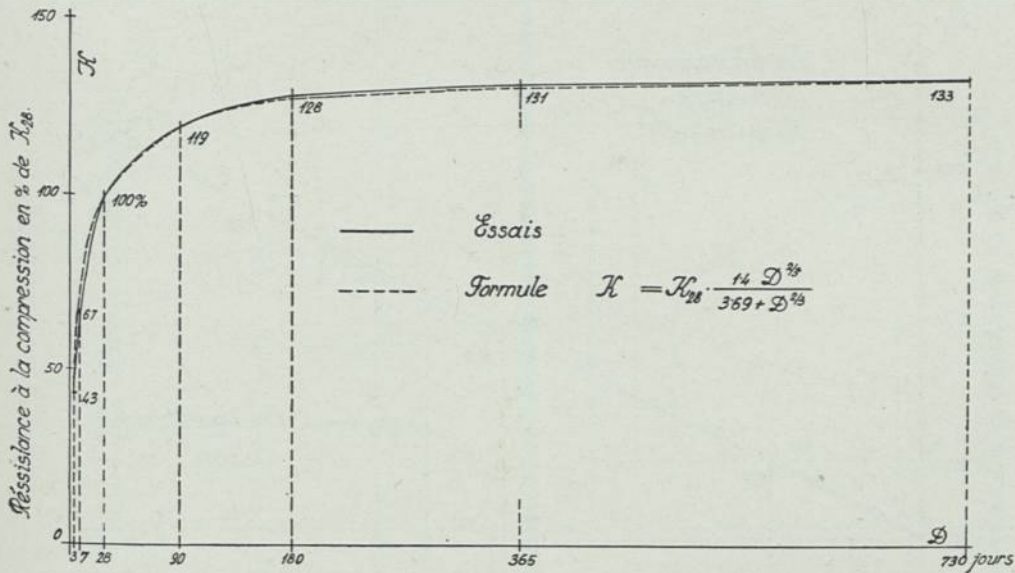


FIG. 2

de bâtiments a l'Ecole Polytechnique tchèque de Prague, démontrent une autre relation très intéressante pour l'accroissement de la résistance des bétons et des mortiers ¹⁾. C'est la loi logarithmique, qui est donnée par l'équation

$$K = a + b \log D \quad (6)$$

Dans cette formule

K représente la résistance du béton ou du mortier en kilogrammes par centimètre carré,

D l'âge en jours,

a, *b* sont des constantes, dépendant de la qualité du béton, du dosage, du mode de conservation des éprouvettes, etc.

¹⁾ Dr. Hacar, Ing.-Čížek, Logarithmický zákon vzrůstu pevnosti betonu a maltys dobou tvrdnutí, (Loi logarithmique de l'augmentation de la résistance du béton et du mortier avec le temps du durcissement). Bulletin de la Société des Ingénieurs tchécoslovaques „Technický Obzor”, Prague 1926, p. 280.

D'après cette formule la relation est exprimée par une fonction linéaire, par conséquent la loi est graphiquement indiquée par une ligne droite; cette ligne droite, d'après nos essais faits avec du béton en ciment de Portland „Standard” à raison de 240 kgs de ciment pour 1 m³ de mélange de sable et de gravillon avec 150 l. d'eau, est présentée par la figure 3. Les constantes a , b y ont été déterminées par les valeurs

$$a = 50, \quad b = 172,$$

et les chiffres ajoutés à la ligne droite représentent les valeurs obtenues par le

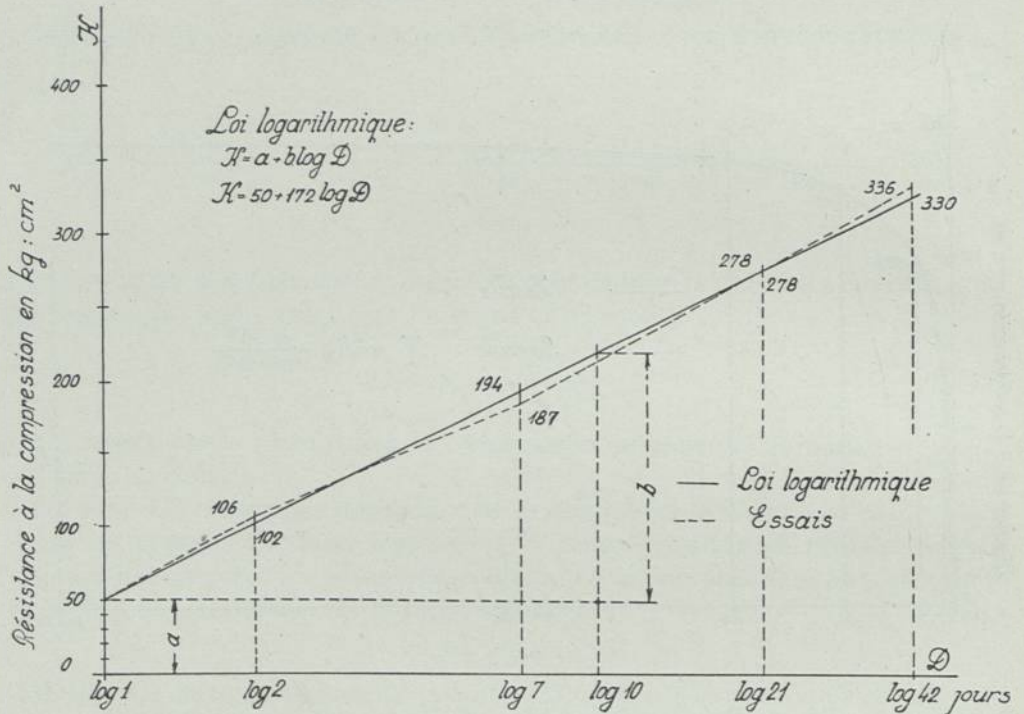


FIG. 3

calcul, tandis que la ligne pointillée donne les résultats de nos essais. On voit par cette comparaison la concordance du calcul et de l'expérience.

En posant dans la formule (6) $D = 1$, on aura $K = a$, ce qui revient à dire que la constante a représente la résistance au bout du premier jour. L'autre constante b , étant la tangente de l'angle de la ligne inclinée avec la ligne horizontale, représente l'augmentation effective de la résistance avec le temps.

Le fait que la formule pour $\lim D = \infty$ donne $\lim K = \infty$, peut être négligé, étant donné que dans les limites pratiques — jusqu'à l'âge de 5 ou 6 ans — la formule est très bien applicable, la résistance après plusieurs années n'augmentant que très lentement.

En figurant graphiquement les résultats des essais faits à deux époques différentes et en joignant deux points, représentant ces résistances, on obtient une ligne droite, qui détermine à l'axe vertical la constante a . La verticale au bout de l'unité logarithmique, entre l'horizontale et la ligne inclinée, représente la constante b .

Pour comparaison nous avons calculé les résistances d'après les trois relations en

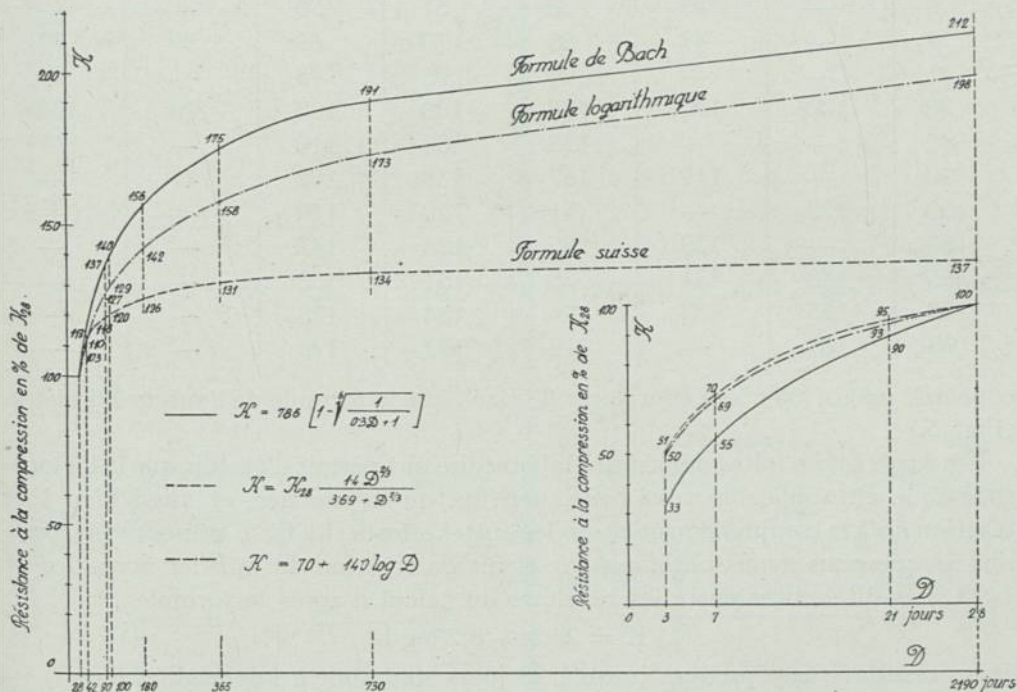


FIG. 4

posant que la résistance après 28 jours égale 100. Les constantes $a = 70$, $b = 140$ dans la loi logarithmique ont été déterminées d'après les essais de Bach, effectués sur une période de plusieurs années.

La figure 4 contient les résultats des calculs d'après la formule de Bach, d'après la relation du Laboratoire Fédéral et la loi logarithmique. La résistance après 28 jours est représentée par 100.

Pour la première période de durcissement (jusqu'à 28 jours) notre relation concorde très bien avec les essais du Laboratoire Fédéral, tandis que pour les périodes ultérieures elle se rapproche assez de la formule de Bach, en donnant des valeurs notablement plus hautes que la relation suisse.

Il est d'ailleurs très intéressant de constater que notre formule logarithmique

$$K = 70 + 140 \log D$$

AUGMENTATION DE LA RÉSISTANCE DU BÉTON ET DU MORTIER AVEC L'ÂGE

Voici les résultats de ces calculs.

Âge en jours	Essais de		D'après la formule				
	Bach	L.F.E.M.	Bach	L.F.E.M.	Logarith.	Bur. of St.	Règlem. ministériel tch.
3	—	43	33	51	50	—	—
7	—	47	55	70	69	59	72
21	—	—	90	95	93	—	94
28	100	100	100	100	100	100	100
42	—	—	113	103	110	—	111
90	—	119	137	118	127	—	—
100	123	—	141	120	129	—	—
180	—	128	156	126	142	—	—
365	148	131	175	131	158	—	—
730	165	133	191	134	173	—	—
2190	189	—	212	137	198	—	—

concorde mieux avec les expériences de Bach que la formule de l'auteur lui même. (Fig. 5.)

Les expériences faites dans notre laboratoire ont permis d'établir que la loi logarithmique est applicable aussi bien au béton qu'au mortier, et aussi bien à la traction qu'à la compression et à tous les autres efforts. La fig. 6 présente les expériences que nous avons obtenues par essais de traction du mortier normal dosé 1 : 3. Les différences entre les résultats du calcul d'après la formule

$$K = 23,0 + 8,2 \log D$$

et les résultats des épreuves jusqu'à 28 jours sont tout à fait négligeables.

Nos expériences avec les poutres de contrôle d'Emperger montrent que la relation logarithmique est également valable pour l'accroissement de la résistance à la flexion. Voici la figure 7, qui présente les résultats de nos essais jusqu'à 42 jours comparés avec les valeurs du calcul d'après la relation

$$K = 95 + 147 \log D$$

S'appuyant sur nos essais au cisaillement faits sur des prismes $15 \times 15 \times 45$ cm (voir fig. 8) nous avons trouvé l'accroissement de cette résistance d'après la relation

$$K = 10,0 + 29,6 \log D.$$

De la même manière nous avons constaté qu'il est parfaitement possible de déterminer l'augmentation de l'adhérence entre le béton et le fer en employant la loi logarithmique. Dans la fig. 9. nous montrons la manière de procéder aux essais ainsi que les résultats des expériences tentées et nous y ajoutons la relation

$$K = 16,0 + 24,2 \log D.$$

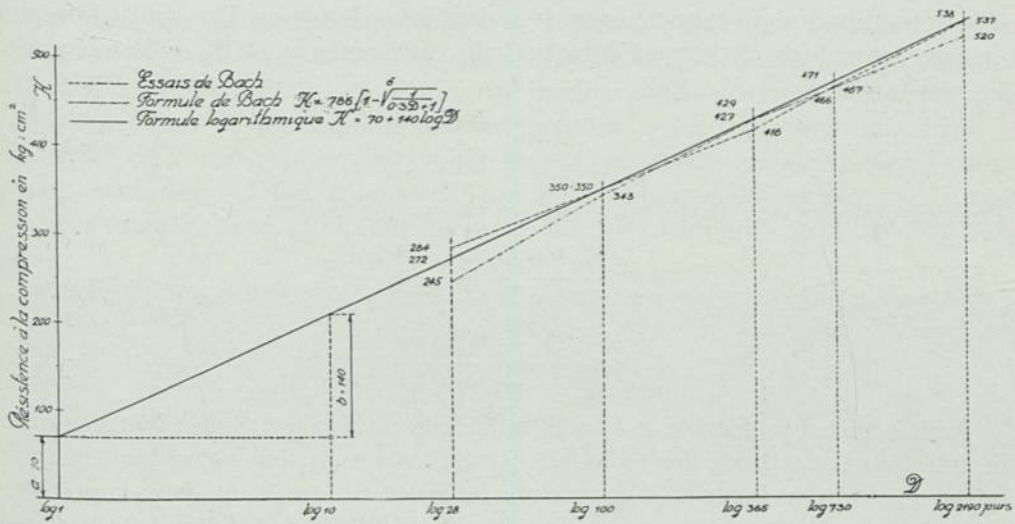


FIG. 5

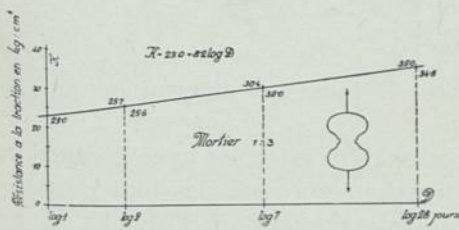


FIG. 6

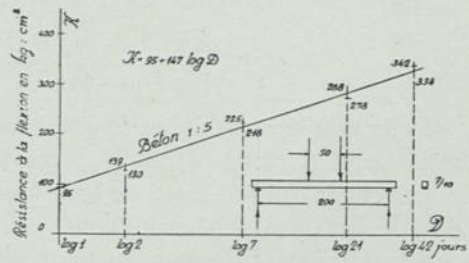


FIG. 7

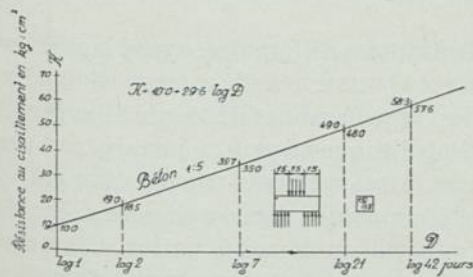


FIG. 8

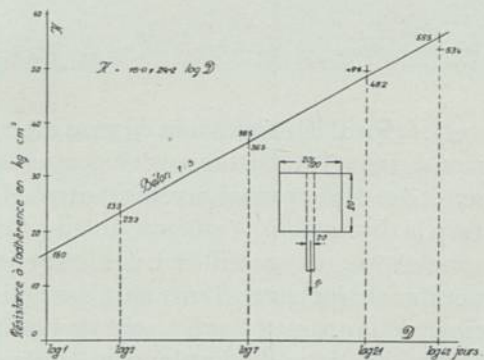


FIG. 9

La formule logarithmique, ne contenant que deux constantes, se prête très bien à la détermination du rapport entre la résistance et le temps. Il suffit de faire des épreuves avec le même béton à deux périodes différentes D_1 et D_2 , où l'on constate les résistances K_1 et K_2 . Puis

$$K_1 = a + b \log D_1$$

$$K_2 = a + b \log D_2.$$

Pour résoudre cette équation linéaire on posera les racines

$$a = \frac{K_2 \log D_1 - K_1 \log D_2}{\log D_1 - \log D_2} \quad (8)$$

$$b = \frac{K_1 - K_2}{\log D_1 - \log D_2} \quad (9)$$

Toutefois il est préférable de faire plus de deux essais, pour établir les constantes désirées par la méthode des moindres carrés. On peut trouver graphiquement le même résultat plus facilement et avec une précision très suffisante pour la pratique par une ligne droite, qui donne la moyenne des résultats de plusieurs expériences. S'il n'y a que deux essais on joint les deux points par une ligne droite.

Après avoir substitué les constantes a et b dans l'équation (6) on aura

$$K = K_1 \frac{\log D - \log D_1}{\log D_1 - \log D_2} - K_2 \frac{\log D - \log D_2}{\log D_1 - \log D_2} \quad (10)$$

De la manière ci-dessus, la résistance K après D jours est déterminée par les résistances K_1 après D_1 et K_2 après D_2 jours.

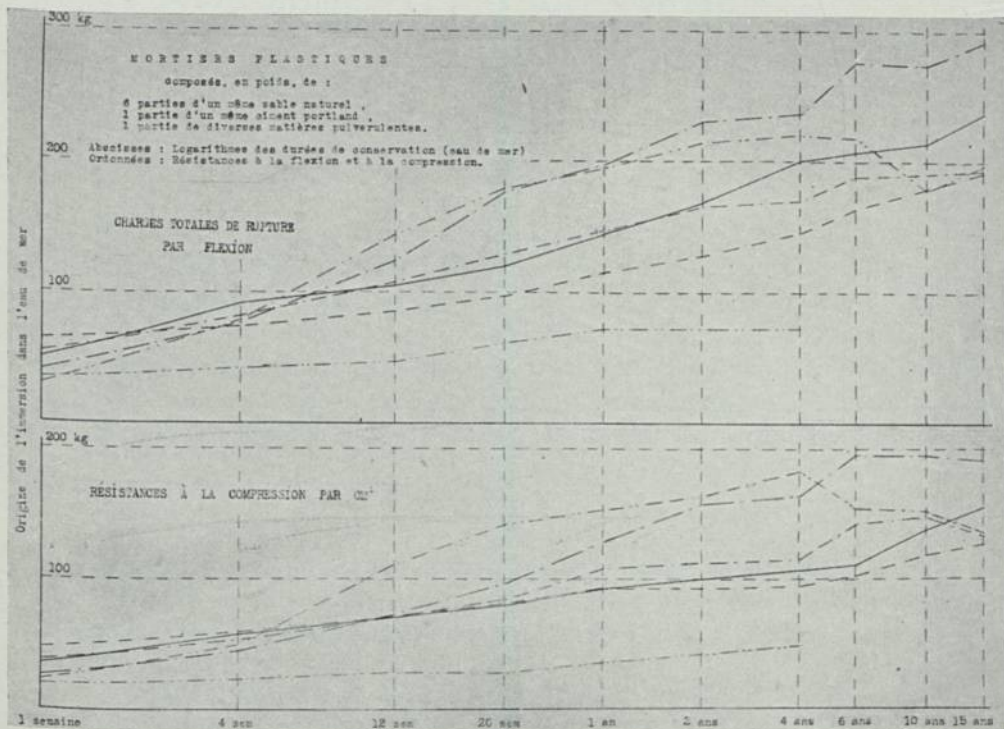
Les essais qui ont servi de base à ce rapport ont été effectués avec le concours de l'Association tchécoslovaque pour l'exploration et l'essai des matériaux et constructions techniques, Institut de „L'Académie Masaryk du Travail”.

DISCUSSION

M. FÉRET, Boulogne

M. le Prof. Klokner vient de nous citer trois formules différentes, ayant la prétention de relier les résistances des mortiers et bétons à leurs durées de conservation. Il en avait été déjà proposé diverses autres. Je ne les rappellerai pas ici, ce qui allongerait trop la discussion. D'ailleurs, aucune formule algébrique ne pourra jamais traduire exactement une pareille loi, car le durcissement de ces mélanges dépend d'un grand nombre de facteurs: d'une part des actions chimiques qui s'accomplissent à l'intérieur de la masse, d'autre part de l'influence du milieu de conservation. Ces deux sortes d'actions se développent indépendamment les unes des autres, avec des allures différentes selon la nature du liant et les diverses autres conditions, et il est impossible d'admettre que leur superposition puisse être représentée par une formule algébrique générale.

Sous cette réserve, la représentation de la progression des résistances, en prenant pour abscisses les logarithmes des durées, présente l'avantage d'élargir les intervalles correspondant aux courtes durées, et de rapprocher ceux des longues, et ainsi de faire tenir dans un diagramme de dimensions restreintes des essais prolongés pendant de nombreuses années. Grâce à ce mode de représentation, on constate qu'en général les points représentatifs après les durées successives tombent au voisinage d'une ligne droite, comme M. Klokner l'a indiqué mais il n'en est pas toujours ainsi, et en tout cas la formule logarithmique, pas plus qu'aucune



autre, ne peut avoir une grande utilité pratique, car les résistances à longue durée qu'elle fournit ne peuvent être calculées que par une extrapolation, en partant de résistances après deux courtes durées beaucoup plus courtes, et il est à craindre qu'il n'en résulte des erreurs importantes.

M. Féret montre ensuite deux graphiques, donnant la succession pendant 15 ans des résistances à la flexion et à la compression de divers mortiers, les abscisses étant prises proportionnelles aux logarithmes des durées. Plusieurs des lignes brisées obtenues se rapprochent beaucoup de lignes droites, conformément à la théorie de M. Klokmer mais d'autres s'en écartent sensiblement, montrant des périodes où le durcissement progresse ou même parfois décroît avec des vitesses différentes.

Réponse du Prof. KLOKNER

Il suis très heureux, que mon rapport a attiré l'attention de M. le Prof. Féret. Etudiant depuis longtemps dans notre Institut à Prague l'augmentation de la résistance du béton à la compression, nous avons trouvé, que la loi logarithmique est en concordance non seulement avec nos propres essais mais encore et surtout avec ceux de M. le Prof. Bach. D'autre part nous avons examiné si cette loi est valable pour les autres sortes de résistances. Je viens de communiquer les résultats de ces travaux et je serais heureux si cette intéressante question fût étudiée également dans d'autres laboratoires.

DER HEUTIGE STAND DER FESTIGKEITSPRÜFUNG VON ZEMENTEN NACH NORMEN

von

M. ROŠ
Zürich

Von den Normenprüfungen der Zemente fällt für die Baupraxis neben der Untersuchung auf Volumenbeständigkeit und Bestimmung der Abbindezeiten, der Festigkeit die grösste Bedeutung zu. Für die Güte-Rangordnung eines Zementes sind dessen Festigkeiten massgebend. Die Fortschritte, welche die Zementindustrie in den letzten Jahren in Bezug auf die Festigkeitseigenschaften der Tonerde-Schmelzzemente und der hochwertigen Portlandzemente zu verzeichnen hat, sind für den Erfolg der Beton- und Eisenbeton-Bauweise von grundlegender Bedeutung.

* * *

Die Festigkeitsbestimmung an Normenkörpern erfolgt entweder

1. mit *erdfeucht eingerammten* (Ramme Klebe-Tetmajer) oder *eingehämmerten* (Hammerapparat Böhme) Mörteln 1 : 3 auf Druck (Würfel 7/7/7 cm) und Zug (8er-Körper, Zerreißquerschnitt 5 cm²) — Abb. 1 — oder
2. mit von Hand *plastisch eingefüllten* und dann eingedrückten Mörteln 1 : 3 auf Druck (Würfel 4/4/4 cm) und Biegung (Prismen 4 × 4 × 16 cm). — Abb. 2 & 3 —

Die Prüfung mit erdfeucht eingerammtem Mörtel wird von den meisten, und mit plastisch eingefülltem von nur einigen Ländern vorgeschrieben.

Bei den erdfeucht eingerammten Würfel- und Achter-Mörtelkörpern wird die Einheitlichkeit der Versuchskörper durch *einheitliche Rammarbeit* von 0,3 mkg. per 1 gr. trockener Mörtelsubstanz und *verschieden hohen Wasserzusatz*, der so abgestimmt werden muss, dass sich zwischen dem 10Csten und 11Csten Schlag des Fallhammers ein Ausschleiden des Anmachwassers an der Oberfläche und am Grunde der Form zeigt, angestrebt.

Das Raumgewicht wassergelagerter Normenkörper zeigt im Alter von 28

Tagen Schwankungen zwischen 2,25—2,39 und weist Mittelwerte von 2,31—2,35 auf. — Abb. 4. —

Bei den plastisch eingebrachten Mörtelprismen wird die einheitliche Dichte und Konsistenz durch stets das gleiche Gewicht der Trockensubstanzen, nämlich

380 gr. Normensand und

127 gr. Zement,

zusammen 507 gr. Trockensubstanzen und eine konstant gehaltene Anmachwassermenge von 11 % des Gewichtes der Trockensubstanzen = 55 gr. Wasser,

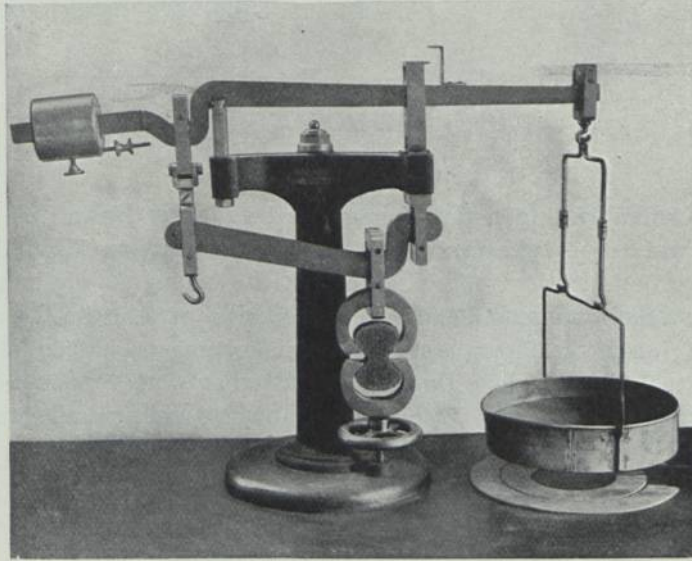


ABB. 1. Michaelis-Apparat. Zugversuch

tatsächlich erreicht. Das Gewicht eines frisch angemachten Mörtelprismas $4 \times 4 \times 16$ cm beträgt 562 gr. Das Raumgewicht ist mit $2,195 \approx 2,2$ konstant. Im Alter von 28 Tagen schwanken die Raumgewichte der Mörtelkörper von 2,18—2,24. — Abb. 4. —

* * *

Die erdfeucht eingerammten Würfel (Druck) und 8er Körper (Zug) entsprechen in Bezug auf Konsistenz und Verarbeitung nicht den Verhältnissen auf den Baustellen. Die Normenkörper sind zu trocken, die Stampfarbeit zu gross.

Bei der heutigen Beton- und Eisenbetonbauweise gelangt der Mörtel und Beton in plastischer Konsistenz zur Verarbeitung.

Die Festigkeits- und Elastizitätszahlen, sowie die Schwindmasse von im Laboratorium mit plastischem Mörtel erzeugten Prismen, geben infolge praktisch gleichartiger Erzeugung, angenähert gleicher Dichte und infolgedessen ganz

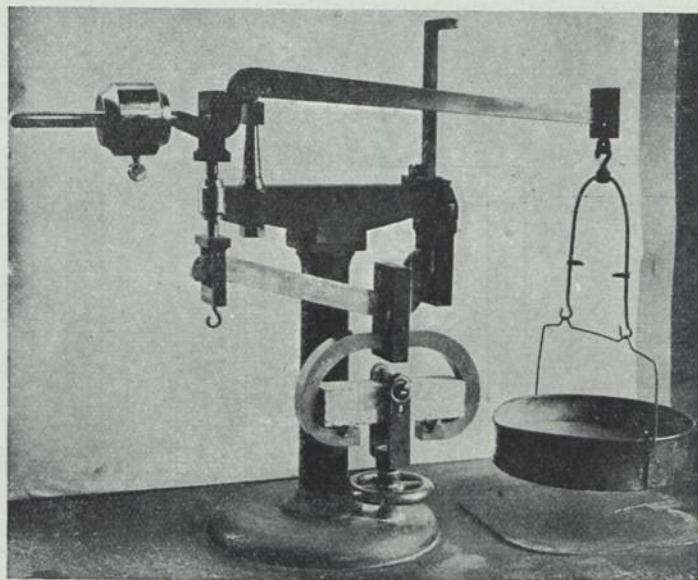


ABB. 2. Michaelis-Apparat. Biegeversuch

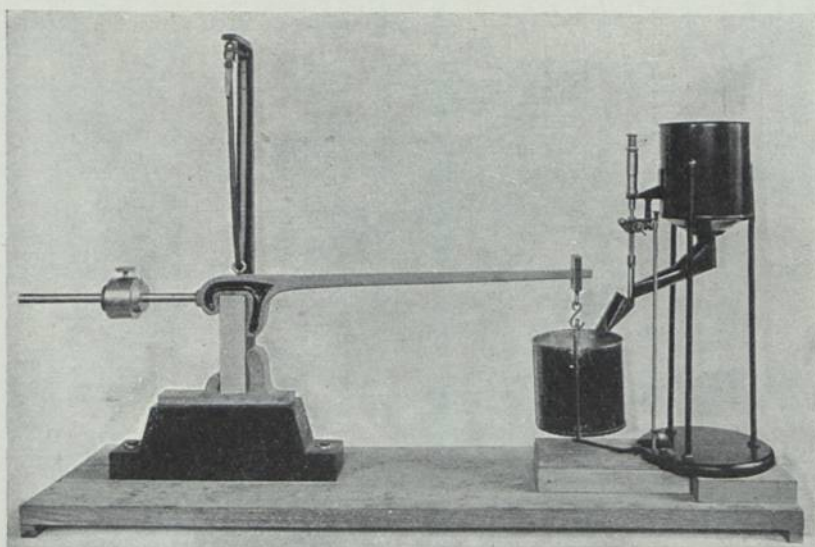
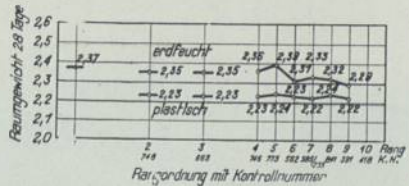
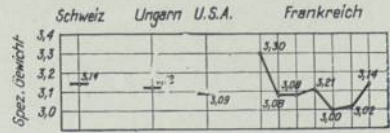
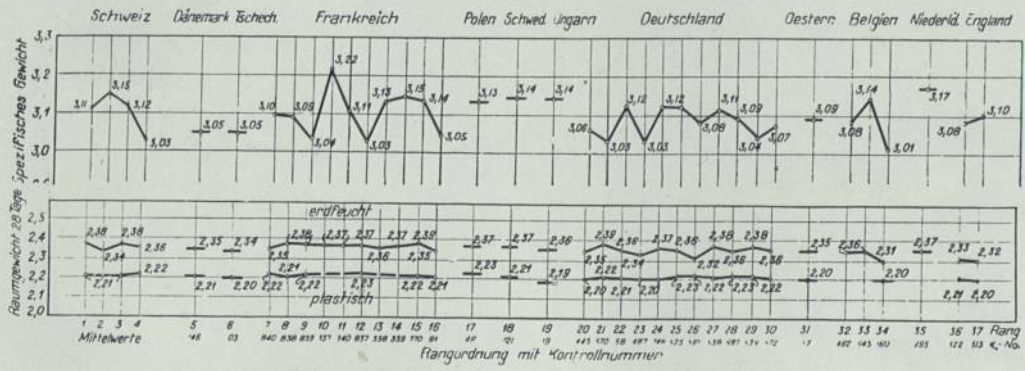


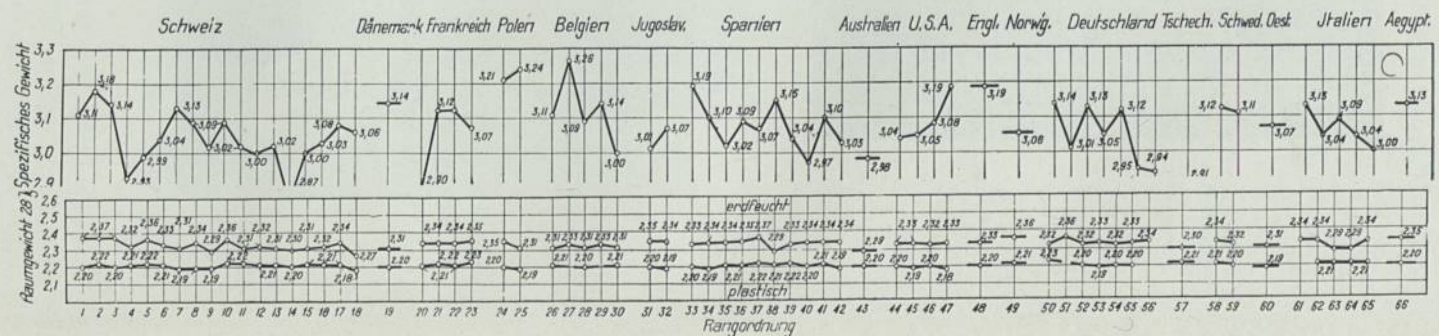
ABB. 3. Feret-Apparat. Biegeversuch



a. Tonerde-Schmelzzemente, 4 Länder, 10 Marken



b. Hochwertige Portlandzemente, 13 Länder, 38 Marken



c. Normale Portlandzemente, 17 Länder, 66 Marken
 Abb. 4. Spezifische Gewichte von Zementen und Raumgewichte von Normen-Mörtelkörpern

ähnlicher Erhärtungsvorgänge wie im Bauwerke selbst, ein zutreffenderes Bild von den wirklichen Festigkeitsverhältnissen auf den Baustellen. — Abb. 5 & 6. —

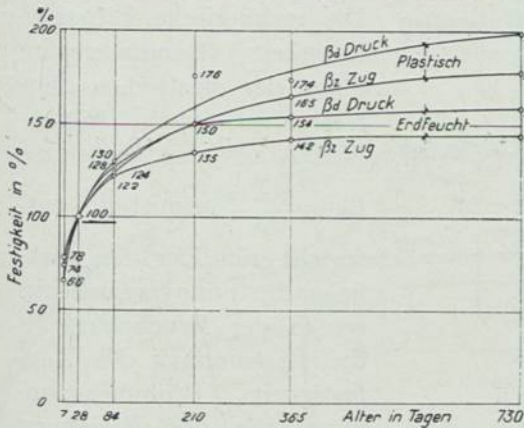


ABB. 5. Prozentuale Zunahme der Druck- und Zugfestigkeit. Konsistenzen: erdflecht und plastisch

In Beton- und Eisenbeton-Bauwerken arbeitet der Beton auf Druck und Biegung. Zugbeanspruchungen über das ganze Volumen eines Traggliedes werden konstruktiv vermieden. Der Druckfestigkeit β_d fällt bei der Kraftaufnahme die Hauptrolle zu; ohne sie ist ein Eisenbetontragwerk unmöglich.

Die Biegezugfestigkeit β_b kann, ihrer Unzuverlässigkeit und Geringfügigkeit wegen, zur Kraftaufnahme nicht herangezogen werden. Eine möglichst hohe Biegezugfestigkeit der Zemente und somit des Betons

ist dennoch erstrebenswert, mit Rücksicht auf eine Verminderung der Verformung von Eisenbeton-Tragwerken und insbesondere, um bei Luftbauten die unvermeid-

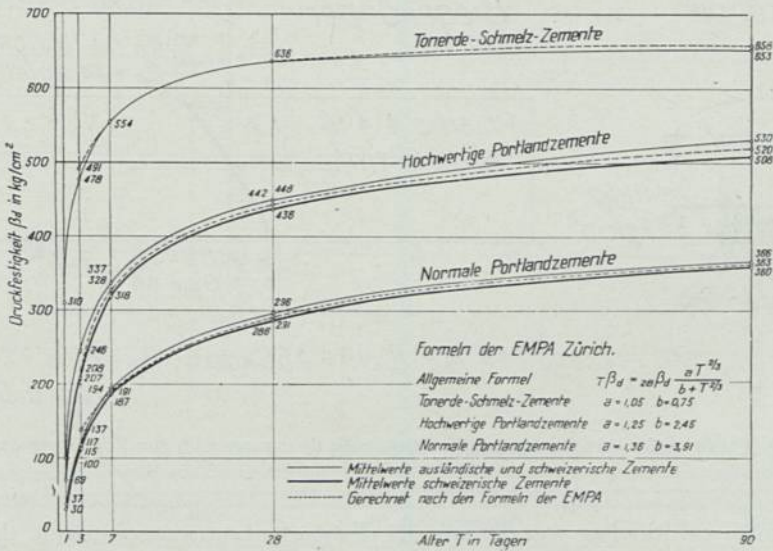


ABB. 6. Tonerde-Schmelzzemente, hochwertige und normale Portlandzemente. Wirkliche und rechnerische Zunahme der Würfeldruckfestigkeit von Normenkörpern Konsistenz: plastisch

lichen Rissbildungen so wenig stark und so wenig zahlreich als möglich zu gestalten. Die Prüfung von plastischen Mörtelprismen auf Druck und Biegung gibt der Baupraxis entsprechende Zahlen. Die Prüfung auf Zugfestigkeit β_z , welcher Schwierigkeiten der Formgebung der Zugkörper und der grossen Empfindlichkeit

der Versuchsdurchführung anhaften, — Abb. 7 — lässt sich nicht durch die Verhältnisse der Praxis rechtfertigen.

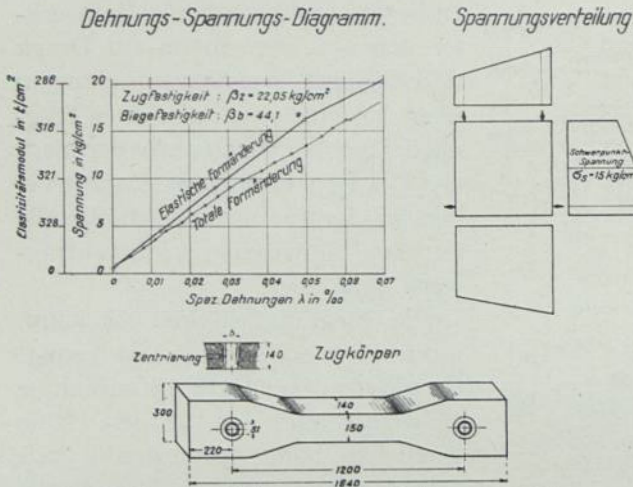


ABB. 7. Zugversuch-Baumörtel 1 : 3. Spannungs-Dehnungs-Diagramm. Spannungsverteilung

Die rechnerische Biegezugfestigkeit (Randfaser Spannung) der plastischen Mörtelprismen, nach Navier-Hooke aus der Beziehung

$$\beta_b = \frac{M_{\max}}{W}$$

ermittelt, entspricht richtiger den wirklichen Spannungsverhältnissen in der Bruchphase als die Bestimmung der Zugfestigkeit (Volumenspannung) aus der Beziehung

$$\beta_z = \frac{Z_{\max}}{F}$$

bei den erdfeuchten Zugkörpern. — Abb. 8 —

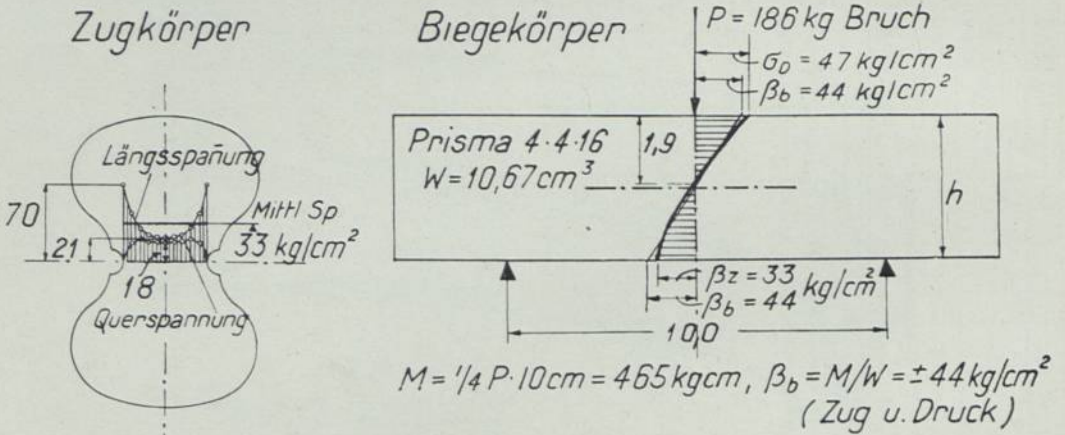


ABB. 8. Vergleich der berechneten und der wirklichen Spannungen im 8ter Zugkörper und im Biegeprisma $4 \times 4 \times 16$

Auf Grund zahlreicher vergleichender Festigkeitsuntersuchungen der Eidg. Materialprüfungsanstalt in Zürich mit hochwertigen und normalen Portlandzementen, sowie mit Tonerde-Schmelzzementen, wovon 23 Zemente schweizerischer und 91 ausländischer Herkunft sind, mit erdfeucht eingerammten und plastisch eingefüllten Mörteln 1 : 3, schweiz. Normsand, Wasserlagerung, lassen sich nachfolgende Schlüsse ziehen:

— Abb. 9, 10, 11, 12 & 13 —

1. Die Mittelwerte der grössten Abweichungen der Einzelwerte der Festigkeiten

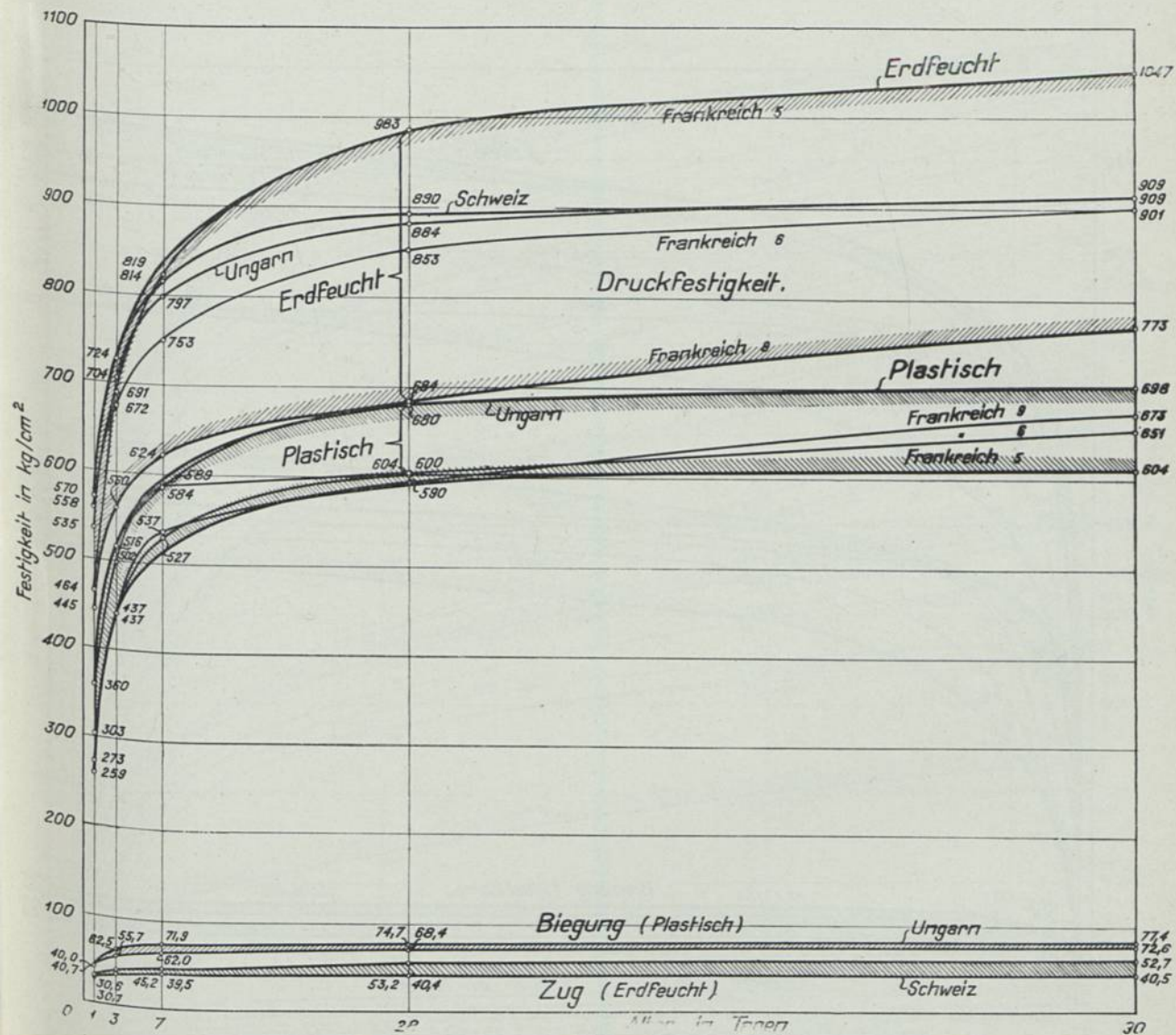


Abb. 9. Tonerde-Schmelzzemente. Grenzwerte der Festigkeiten. Normalmörtel 1 : 3, Konsistenz erdfeucht und plastisch. Alter 1, 3, 7, 28 und 90 Tage. Wasserlagerung

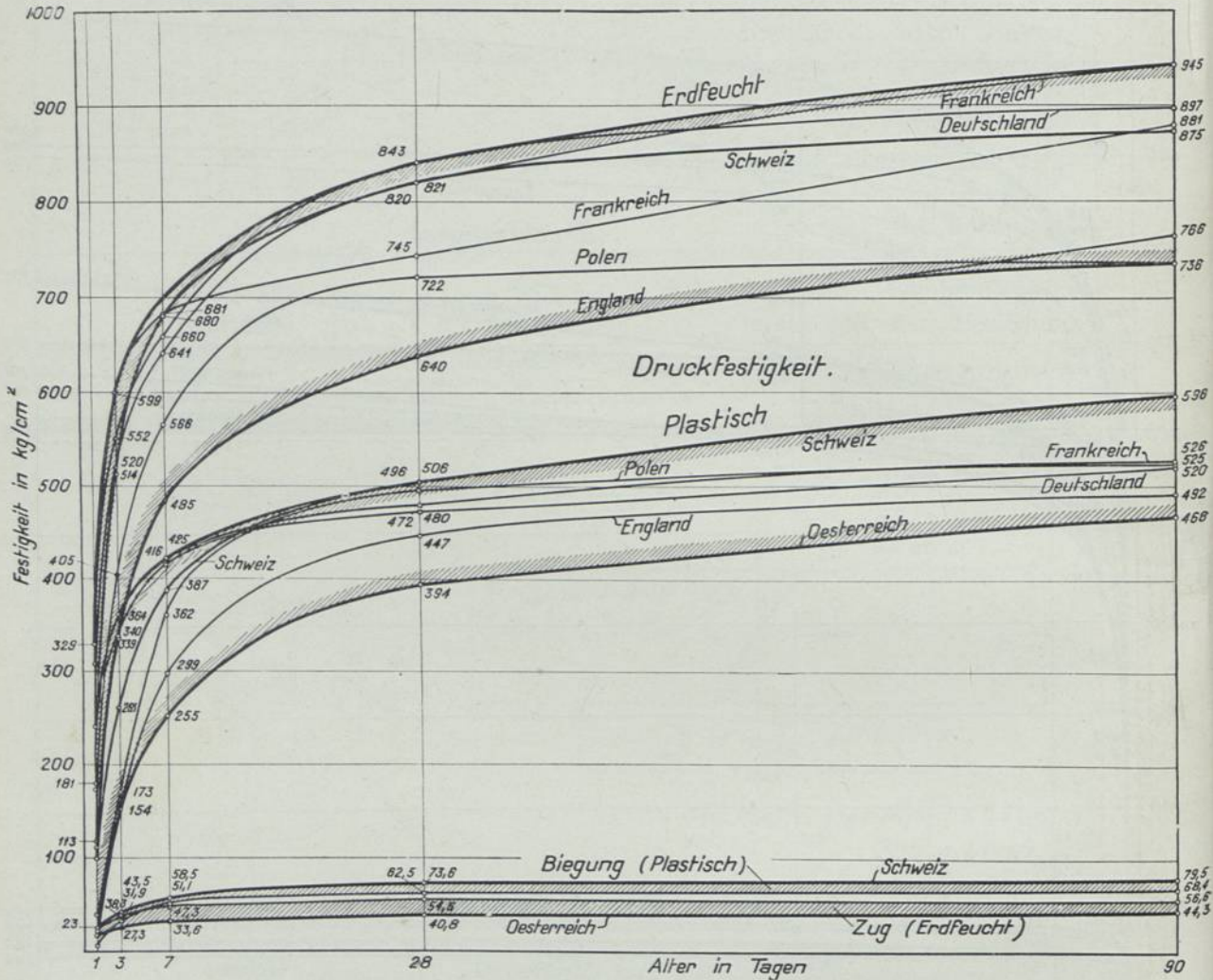


ABB. 10. Hochwertige Portlandzemente. Grenzwerte der Festigkeiten. Normalmörtel 1 : 3, Konsistenz erdfeucht und plastisch' Alter 1, 3, 7, 28 und 90 Tage. Wasserlagerung

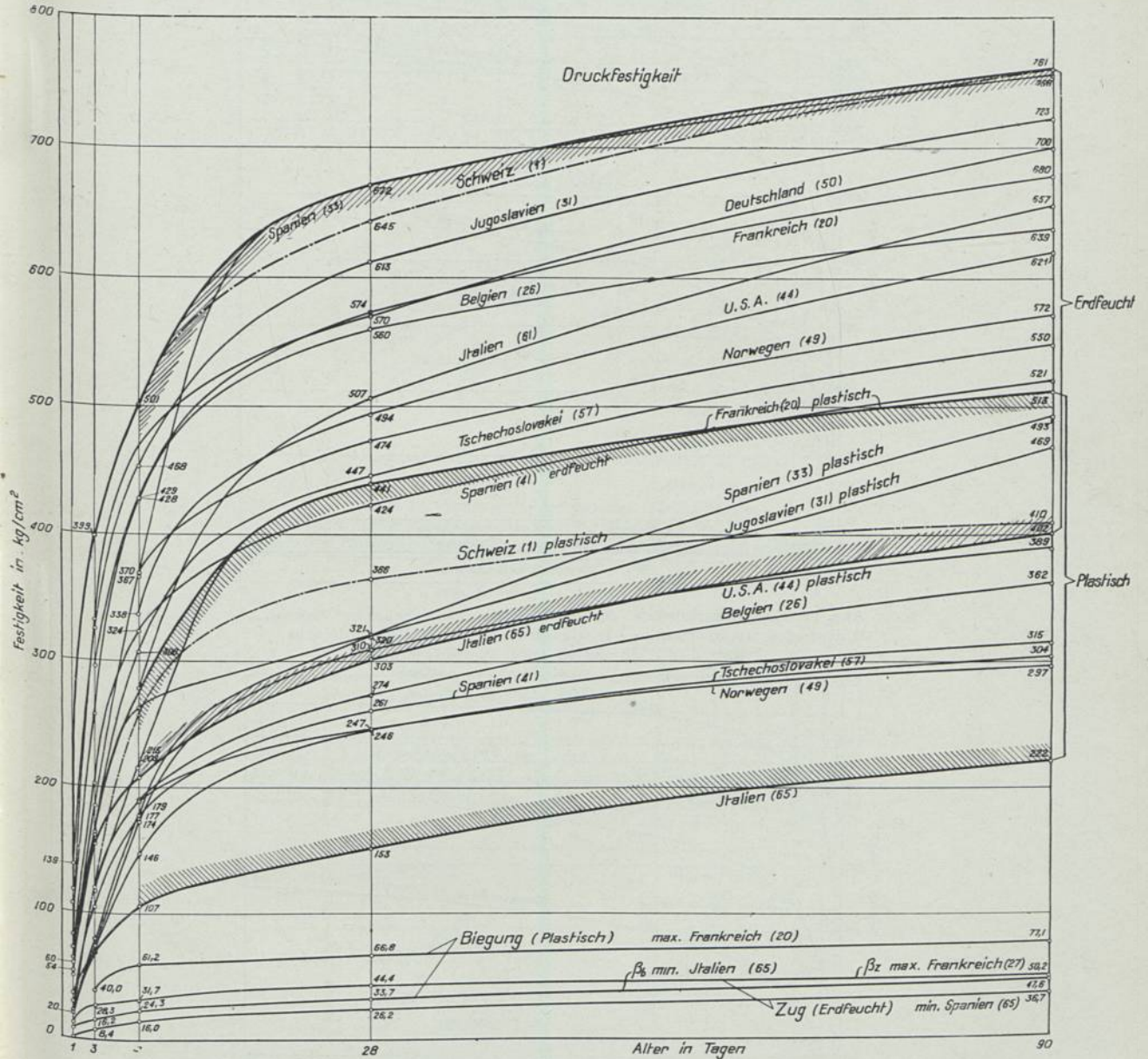


ABB. 11. Normale Portlandzemente. Grenzwerte der Festigkeiten. Normalmörtel 1 : 3, Konsistenz erdfeucht und plastisch Alter 1, 3, 7, 28 und 90 Tage. Wasserlagerung

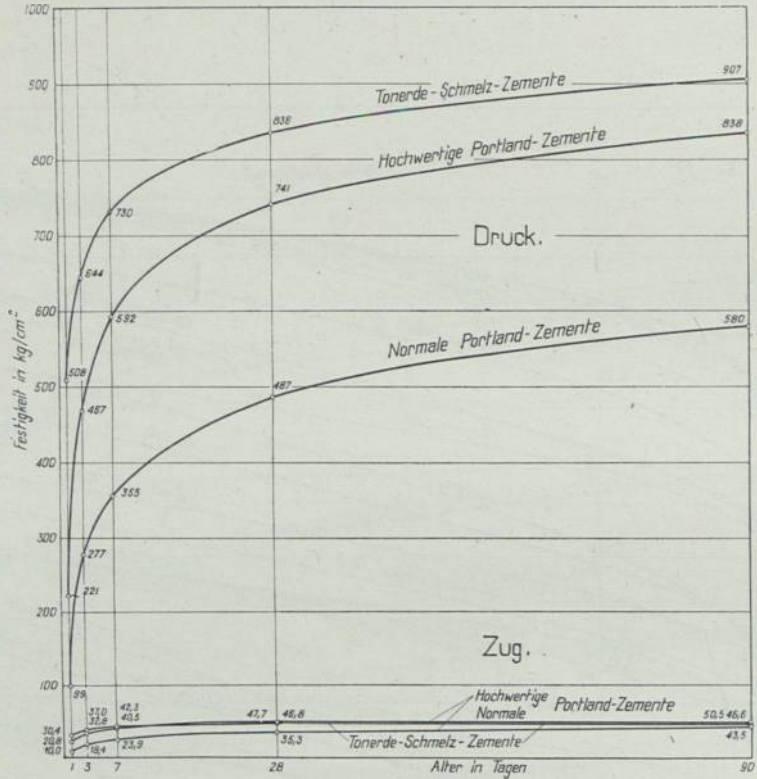


ABB. 12. Gesamtmittelwerte der Festigkeiten nach Schweiz. Normen. Tonerdeschmelzzemente — Portlandzemente. Konsistenz erdfeucht. Alter 1, 3, 7, 28 und 90 Tage. Wasserlagerung

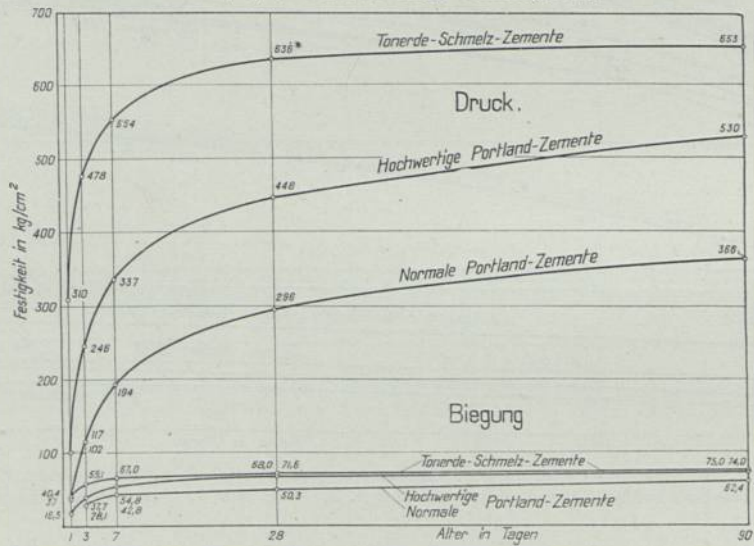


ABB. 13. Gesamtmittelwerte der Festigkeiten nach Schweiz. Normen. Tonerdeschmelzzemente — Portlandzemente. Konsistenz plastisch. Alter 1, 3, 7, 28 und 90 Tage. Wasserlagerung

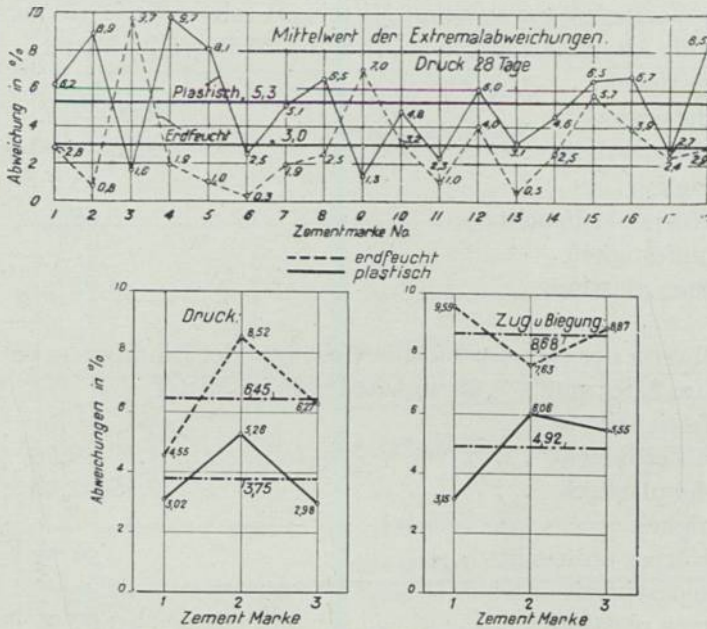


ABB. 14. Mittelwerte der grössten Abweichungen
oben: Untersuchung international; Druckfestigkeiten,
unten: Untersuchungen Schweiz; Druck-, Zug- & Biegefestigkeiten

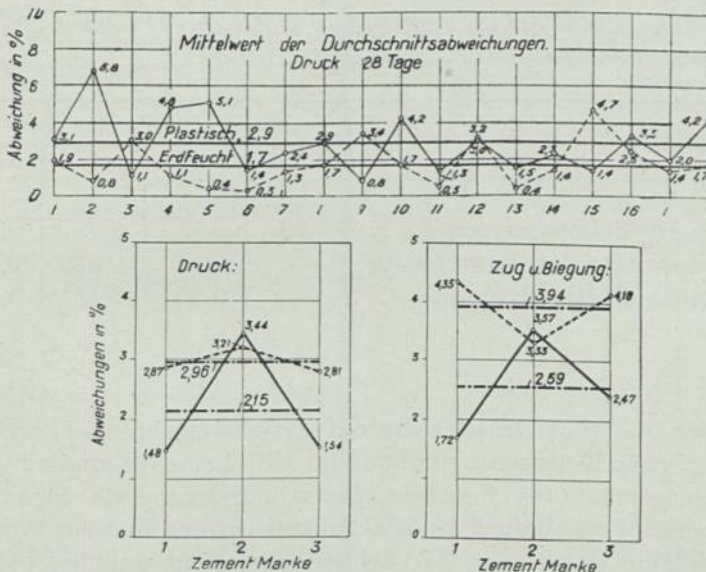


ABB. 15. Mittelwerte der Durchschnittsabweichungen
oben: Untersuchungen international; Druckfestigkeiten
unten: Untersuchungen Schweiz. Druck-, Zug- und Biegefestigkeiten

(einzelne Versuchskörper) vom Mittelwert einer Serie (6 Versuchskörper) erreichen für Altersklassen von 3, 7, 28 und 90 Tagen im Mittel

Druckfestigkeit	
Würfel erdfeucht	3,00—6,45 % \cong 4,75 %
Würfel plastisch	3,75—5,30 % \cong 4,50 %
Zugfestigkeit	
8er-Körper erdfeucht	8,68 %
Biegezugfestigkeit	
Prismen plastisch	4,92 %

— Abb. 14 —

2. Die Mittelwerte der *Durchschnittsabweichungen* der Einzelwerte vom Mittelwert betragen im Alter von 3, 7, 28 und 90 Tagen im Mittel

Druckfestigkeit	
Würfel erdfeucht	1,70—2,96 % \cong 2,35 %
Würfel plastisch	2,15—2,90 % \cong 2,50 %
Zugfestigkeit	
8er-Körper erdfeucht	3,94 %
Biegezugfestigkeit	
Prismen plastisch	2,59 %

— Abb. 15 —

Die Mittelwerte der Abweichungen sind etwas grösser bei den erdfeuchten Würfeln als bei den plastischen Prismen. Der Unterschied ist aber auch der Geringfügigkeit der absoluten Werte wegen ohne Belang.

3. Das *Verhältnis der Würfeldruckfestigkeit plastischer Prismen* $p\beta_d$ zur *Druckfestigkeit erdfeuchter Würfel* $e\beta_d$ beträgt im Mittel:

		Alter in Tagen				
		1	3	7	28	90
$\frac{p\beta_d}{e\beta_d}$	Tonerde-Schmelzzemente . .	0,55	0,73	0,75	0,78	—
	hochwertige Portlandzemente	—	0,47	0,53	0,58	0,63
	normale Portlandzemente . .	—	0,50	0,55	0,61	0,64

— Abb. 16 —

Die hohen Druckfestigkeiten erdfeuchter Würfel erfahren bei Portlandzementen in plastischer Konsistenz rund und im Mittel eine Abminderung von 40 %. Zementerzeuger könnten diese Festigkeitsabminderung als einen Nachteil der Prismenmethode empfinden. In Wirklichkeit ist dies aber ein Vorteil, der vor Selbsttäuschung warnt, der Wirklichkeit entspricht und die Praxis bei der Verwendung magerer Mischungen zur Vorsicht mahnt.

— Abb. 17 —

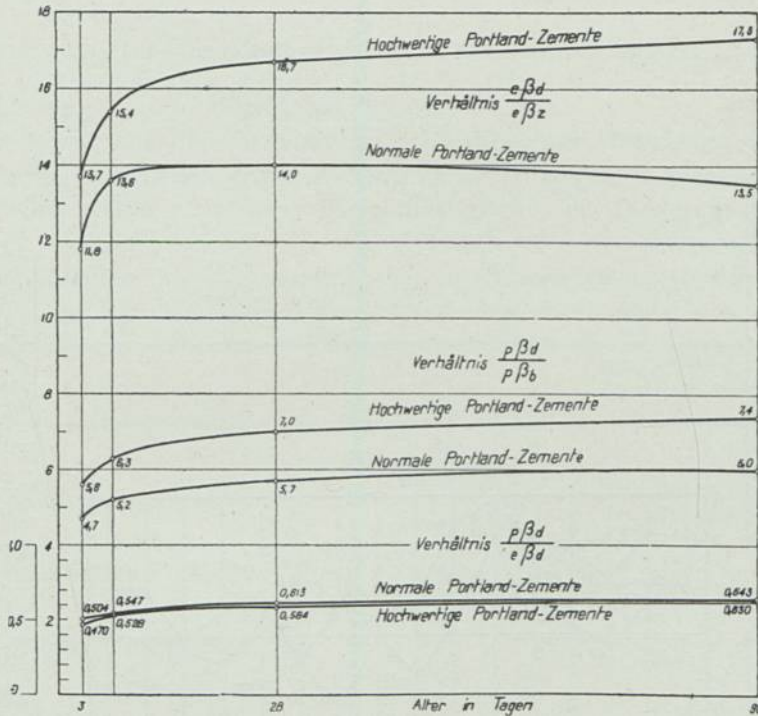


ABB. 16. Hochwertige und normale Portlandzemente. Schweiz.
Verhältniszahlen der Festigkeiten. Alter 3, 7, 28 und 90 Tage

4. Das Verhältnis der Biegezugfestigkeit $p\beta_b$ zur Würfeldruckfestigkeit $p\beta_d$ bei Prismen mit plastischem Mörtel erreicht im Mittel nachfolgende Werte:

	Alter in Tagen				
	1	3	7	28	90
Tonerde-Schmelzzemente	1	1	1	1	—
$\frac{p\beta_b}{p\beta_d}$ Hochwertige Portlandzemente	6,5	7,9	8,4	8,7	—
	—	5,6	6,3	7	7,4
Normale Portlandzemente	—	1	1	1	1
	—	4,7	5,2	5,7	6,0

— Abb. 16 —

Das Verhältnis von $\frac{p\beta_b}{p\beta_d}$ zeigt einen wesentlich gleichmässigeren, weniger schwankenden Verlauf innerhalb einer Kategorie für die einzelnen Zemente als
Int. Congress II

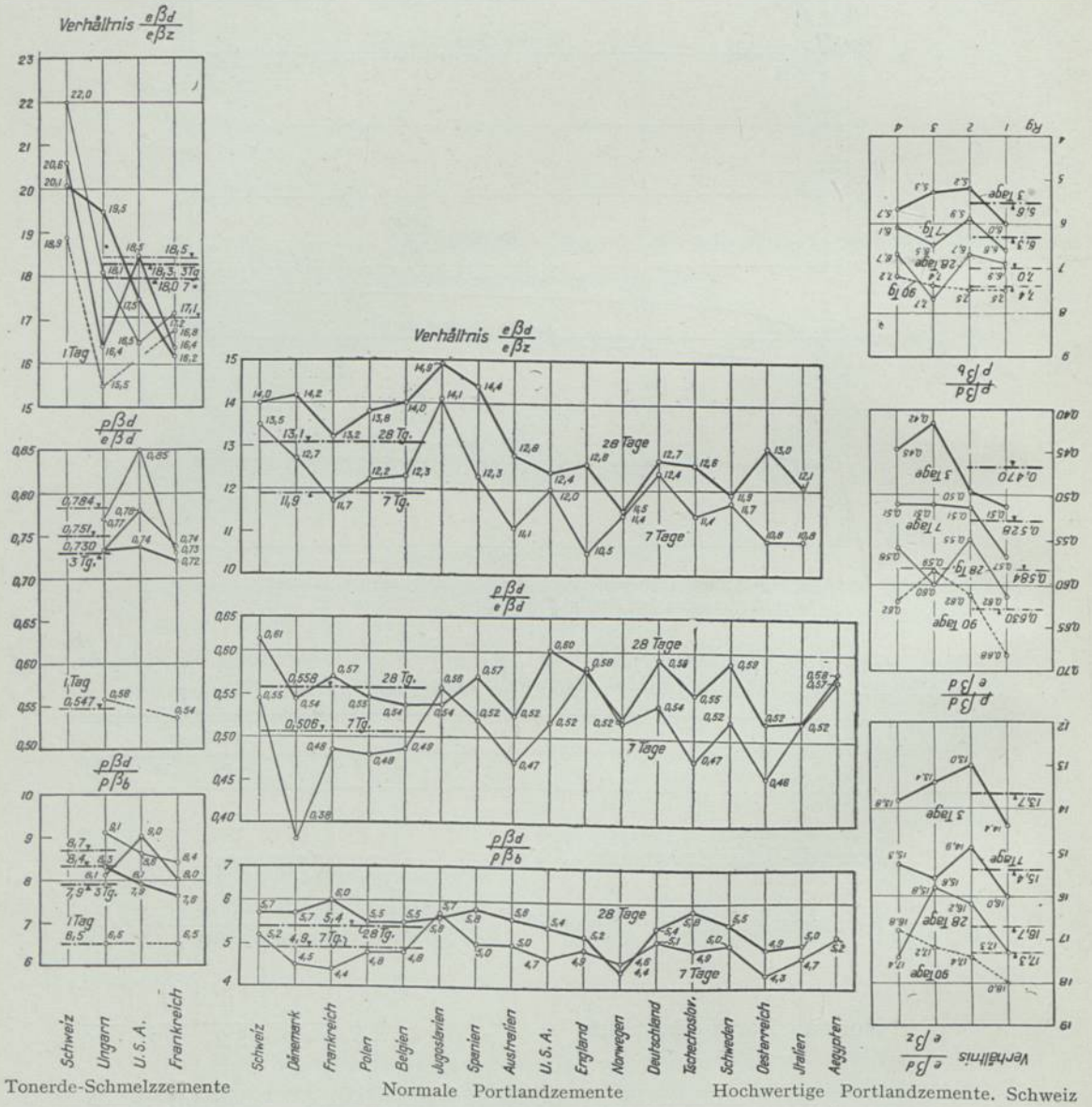


ABB. 17. Verhältniszahlen der Festigkeiten

dies beim Verhältnis der Zugfestigkeit $e\beta_z$ zur Druckfestigkeit $e\beta_d$, $\frac{e\beta_z}{e\beta_d}$, für erdfeucht eingerammte Mörtel der Fall ist.

Die in Bezug auf die Zugfestigkeit in erdfeuchter Konsistenz wesentlich voneinander verschieden erscheinenden Zemente zeigen in plastischer Konsistenz eine weitaus grössere Gleichmässigkeit der Biegezugfestigkeiten.

— Abb. 17 —

5. Das Verhältnis der 8er-Zugfestigkeit $e\beta_z$ zur Würfeldruckfestigkeit $e\beta_d$ erdfeucht eingerammter Mörtel weist nachfolgende Mittelwerte auf:

		Alter in Tagen				
		1	3	7	28	90
$\frac{e\beta_z}{e\beta_d}$	Tonerde-Schmelzzemente	1	1	1	1	—
	Hochwertige Portlandzemente	17,1	18,0	18,3	18,5	—
		—	1	1	1	1
Normale Portlandzemente	—	13,7	15,4	16,7	17,3	
	—	1	1	1	1	
		11,8	13,6	14,0	13,5	

— Abb. 16 —

Aus den Untersuchungen der *Kommission 42—Bindemittel—des Internationalen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik* (1907/1914) geht, verarbeitet man die Ergebnisse nach einheitlichen Gesichtspunkten, hervor, dass:

6. Die Mittelwerte der Abweichungen der Druck-, Zug- und Biegefestigkeiten der einzelnen Laboratorien-Mittelwerte vom Generalmittel aller Laboratorien erreichen im Alter von 28 Tagen

Druck	{	erdfeuchte Würfel	6,3 %
		plastische Prismen	6,6 %
Zug	{	erdfeuchte 8er-Zugkörper	8,8 %
Biegung		plastische Prismen	6,0 %

— Abb. 18 & 19 —

Die prozentualen Abweichungen sind bei beiden Prüfungsmethoden mit erdfeucht eingerammten und plastisch eingefüllten Mörteln, von praktisch gleicher Grössenordnung.

* * *

Als praktischer Vorteil der Prismenmethode fällt in Betracht, dass mit 6 Prismen nachfolgende Bestimmungen möglich sind:

- 3 Biegefestigkeiten $p\beta_b$
- 6 Würfeldruckfestigkeiten $p\beta_d$ (mit den 6 Hälften der 3 Biegeprismen)

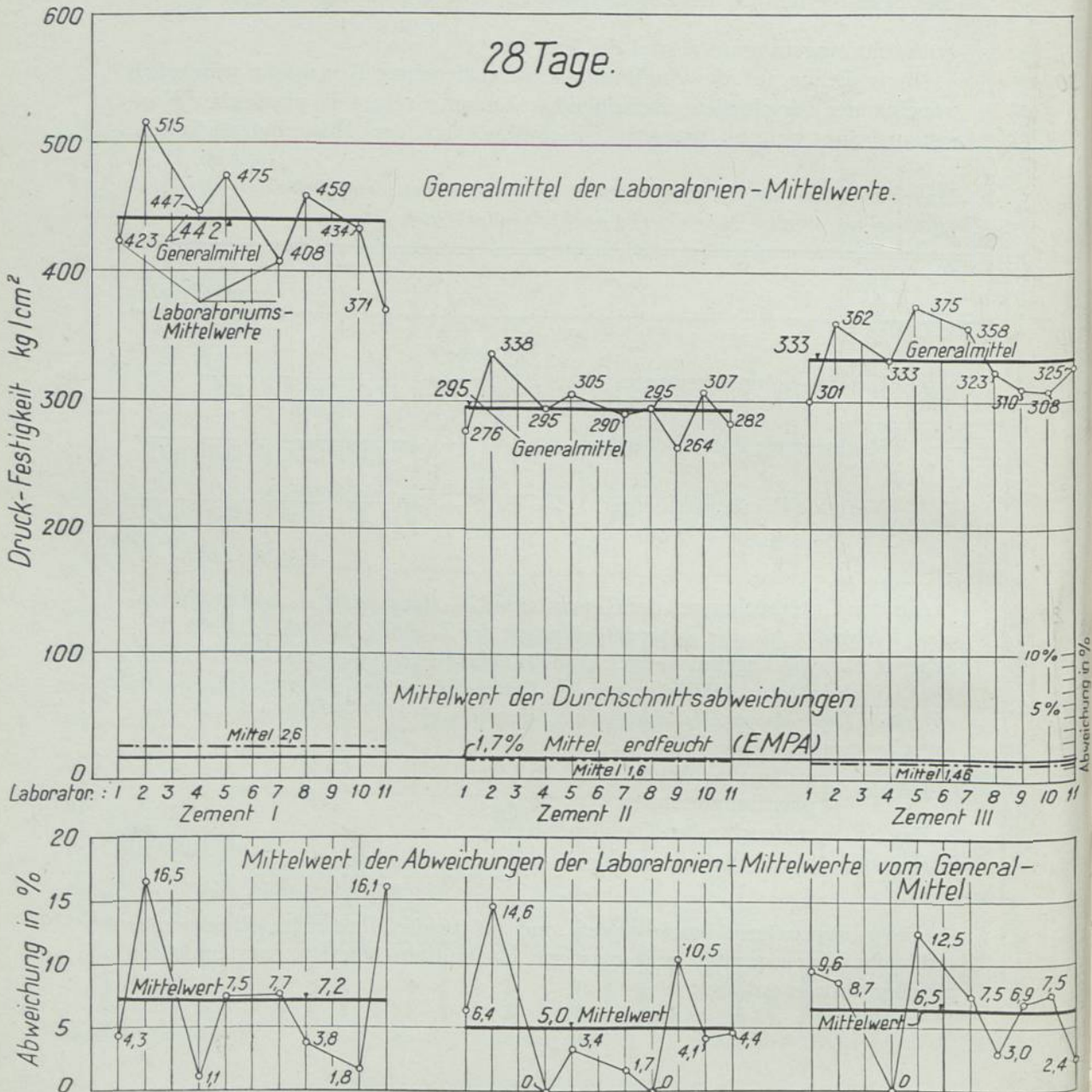


ABB. 18. Würfeldruckfestigkeit. Internationale Untersuchungen. 11 Laboratorien Deutscher Normalsand, Mörtel 1 : 3, Konsistenz erdfeucht

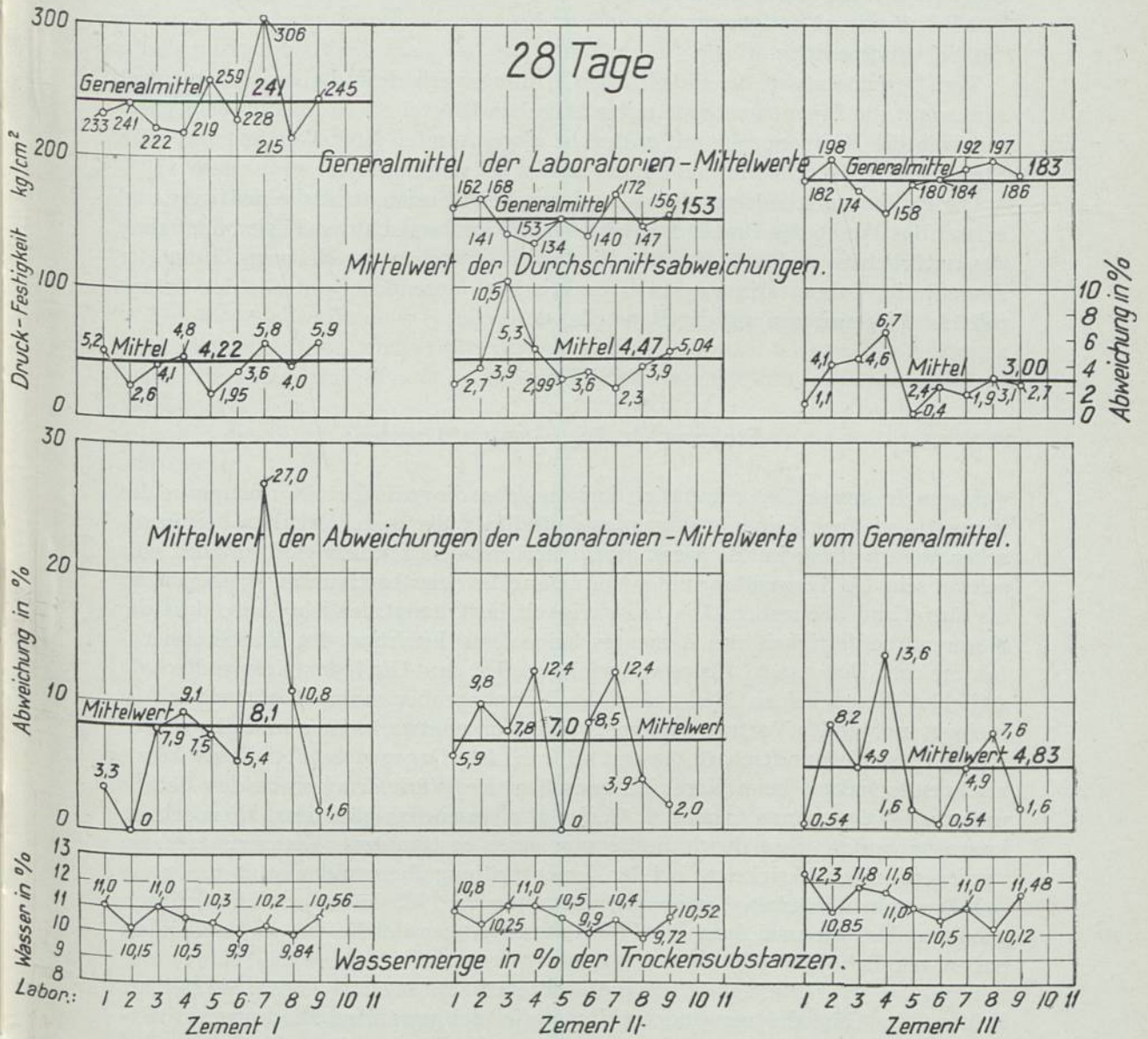


Abb. 19. Würfeldruckfestigkeit. Internationale Untersuchungen. 11 Laboratorien
Deutscher Normalsand, Mörtel 1 : 3. Konsistenz plastisch. (Ergebnisse von 9 Laboratorien)

2 Elastizitätsmoduli E bzw. Dehnungszahlen $\alpha = \frac{1}{E}$

und mit den gleichen Prismen

2 Prismendruckfestigkeiten $p\beta_d$

1 Schwindmessung.

Vom Gesichtspunkte der einheitlichen Prüfungsmethode im Laboratorium eignet sich somit die Prismenmethode mit plastischem Mörtel als Normenprobe ebenso gut, wie die Normenprobe mit erdfeucht eingerammten Mörtelkörpern und vom Standpunkte der Theorie und Praxis aus ist sie richtiger.

Die Prüfungsmethode mit Prismen plastischer Konsistenz ist die richtigere und erfasst das Wesen der Praxis der Beton- und Eisenbetonbauweise; sie bildet auch das natürlichste und zutreffendste Bindeglied, zwischen der Normenprüfung der Zemente im Laboratorium und der praktischen, laufenden Kontrolle des Betons mittelst Biegeprismen auf der Baustelle.

DISKUSSION

Professor Dr. Ing. GEHLER, Dresden

Herrn Professor Roš stimme ich darin bei, dass die erdfeuchte Normenprobe des Zementes vielfach keinen genügenden Aufschluss über sein Verhalten bei plastischer Verarbeitung im Bauwerk gibt. Nach neueren Studien wird es aber sehr schwer sein, bei Verwendung eines Normensandes einen bestimmten Wasserzusatz als zutreffend anzugeben. Die Schwierigkeit liegt hauptsächlich darin, dass die Normendruckfestigkeit des Zementes keine feste Funktion des Wasserzementfaktors ist. Der sogen. Korrelationsfaktor, der den Grad der Verwandtschaft zwischen diesen beiden Merkmalen der Normenproben angibt, ist, wie ich in meinem morgenden Vortrag darlegen werde, nur zu etwa 10 % ermittelt worden, sodass diese Verwandtschaft äusserst schwach ist. Dagegen beträgt dieser kennzeichnende Faktor beim Vergleich zwischen der Würfeldruckprobe des Betons und des Wasserzementfaktors 68 %, ist also wesentlich günstiger. Hiernach ist kaum zu hoffen, dass durch Festlegung eines bestimmten Wasserzusatzes die vorliegenden Schwierigkeiten bei der Zementprüfung überwunden werden.

In unseren deutschen Eisenbetonbestimmungen 1925 haben wir uns dadurch geholfen, dass wir zwei Arten von Würfeldruckproben des Betons vorgeschrieben haben, nämlich ¹⁾:

1. W_{e28} = Würfeldfestigkeit von erdfeuchtem Beton nach 28 Tagen. Sie soll zur Prüfung der Güte der verwendeten Rohstoffe, des gewählten Mischungsverhältnisses und der Mischweise dienen und ist somit die eigentliche Materialgrösse.

2. W_{b28} = Würfeldfestigkeit von Beton in der gleichen Beschaffenheit, wie er im Bauwerk verarbeitet wird, nach 28 Tagen. Sie dient zur Prüfung des fertigen

¹⁾ S. W. Gehler, Erläuterungen zu den Eisenbetonbestimmungen 1925, Verlag von Wilhelm Ernst u. Sohn, Berlin, S. 19.

Mischgutes, umfasst also auch den Einfluss des Wasserzusatzes und der Verarbeitungsweise z.B. im weichen oder flüssigen Zustand.

Unsere Erfahrungen gehen dahin, dass seit Einführung der beiden Forderungen $W_{e28} \geq 200 \text{ kg/cm}^2$ und $W_{b28} \geq 100 \text{ kg/cm}^2$ eine wesentlich schärfere Baukontrolle und damit auch eine Verbesserung der Güte des Baustoffes erzielt worden ist.

Prof. RABOZÉE, Bruxelles

Je désire faire les remarques suivantes:

1. En Belgique les quatre laboratoires principaux font les essais de ciment sur mortier normal battu. Les normes officielles prescriront le battu.

Dans chaque laboratoire, les résultats sont réguliers, aussi bien en compression qu'en traction.

Les moyennes obtenues en compression par ces quatre laboratoires n'ont pas toujours été suffisamment concordantes. Par une enquête, faite en collaboration, nous avons acquis la conviction, que les différences étaient dues surtout au matériel de damage.

Après des tâtonnements assez longs nous sommes arrivés à une concordance suffisante.

2. J'ai fait des expériences comparatives entre mortiers battus et mortiers plastiques, ces derniers en traction, compression, flexion. J'ai trouvé en plastique des résultats, au moins aussi réguliers qu'en battu. Naturellement, résistance plastique < résistance battu.

J'ai trouvé, que le rapport

3. Résistance plastique dépend de:

Résistance battu

a. La nature du ciment.

b. La nature du sable normal.

c. L'âge du mortier.

Les autres laboratoires belges se proposent d'étudier également le mortier plastique; je continuerai en même temps mes recherches sur le même sujet. Ces essais comparatifs nous fixeront sur la concordance des moyennes obtenues par les quatre laboratoires.

3. S'il est reconnu que la régularité des résultats est aussi bonne en plastique qu'en battu, il conviendra d'adopter celui dont les chiffres de résistance caractérisent le plus fidèlement les résistances des bétons aux différents âges.

C'est là une nouvelle série de recherches à effectuer.

4. Comme avantages subsidiaires du mortier normal plastique je signalerai les suivants:

a. L'usure des moules est beaucoup moins rapide.

b. Dans le cas, où l'on est amené à étudier des dosages plus riches que 1/3, les éprouvettes se fabriquent plus facilement en plastique qu'en béton.

c. Le plastique se prête seul à une fabrication facile et correcte des éprouvettes de flexion.

Dr. HÄGERMANN, Berlin

Den sehr interessanten Ausführungen des Herrn Prof. Roš stimme ich bei. Der Zementerzeuger braucht eine Prüfungsmethode, die geringere Streugrenzen der Festigkeitswerte ergibt als die heute üblichen. Wir werden aber vorerst die erdfeuchten Proben noch nicht aufgeben können. Sollten Proben mit plastischem Zement ausgeführt und die Methoden von möglichst vielen Stellen geprüft werden, so wird es noch manche Schwierigkeit zu überwinden geben.

Ich hoffe, dass es durch gemeinsame Arbeit gelingen wird, eine Methode zu finden, die der heutigen Verarbeitungsweise des Betons als weicher Beton oder als Gussbeton näher kommt und vor allem besser vergleichbare Ergebnisse liefert.

Dipl. Ing. RAGNAR SCHLYTER,

Vorsteher der Baumaterialien-Abteilung des Staatlichen Schwedischen Materialprüfungsamtes, Stockholm, hält die folgende Rede über „Neuschaffung von Zement- und Betonnormen“

Qualitätsbestimmungen für Zement müssen so viel wie möglich internationalisiert werden, um Einkäufe und Verkäufe von Zement zwischen den Ländern zu erleichtern. Es ist ohne weiteres anzunehmen, dass grosse Schwierigkeiten entstehen würden, wenn jedes Land seine eigenen, vielleicht von anderen Ländern viel abweichenden Zementnormen hätte. Die Rücksicht auf ein internationales Zusammengehen führte deshalb mit sich, dass man bei dem Ausarbeiten der Zementnormen eines Landes an gewisse Grenzen gebunden ist. Es scheint nicht unangebracht, einige Wünsche betr. Umarbeiten der deutschen und schwedischen Zementnormen zu äussern, die im grossen und ganzen einander sehr ähnlich sind.

In Schweden, wo man neue Normen im Jahre 1924 und 1926 eingeführt hat, ist man schon bestrebt, neue Zementnormen vorzubereiten. Das Verfahren mit Prüfkörpern von erdfeuchtem Mörtel, hartgestampft im Hammerapparat zur Bestimmung der Festigkeit, treibt diese in eine Höhe, die missweisend und unangebracht erscheint. Zugfestigkeitskörper müssen nach einem Verfahren mit nasser Konsistenz hergestellt werden. Die Konsistenz des Zementmörtels muss nach modernen Methoden festgestellt werden. Es muss untersucht werden, ob nicht die Form der Zugkörper geändert werden kann. Die Zementsorten müssen auf Wärmeerzeugung und Veranlagungen für Kalkausblühungen geprüft werden, hiermit zusammenhängend die Feinheitsgrade des Zementes, die die Schlämm- (laitance) bildung beeinflusst. Sehr erwünscht wäre, dass wenigstens die meisten Prüfungsmethoden so vereinfacht werden, dass ein grosser Teil davon auf dem Arbeitsplatz ausgeführt werden könne.

Die Betonnormen müssen gleichfalls geprüft werden; bessere Prüfungsmethoden müssen gefunden werden zur Bestimmung der Zugfestigkeit, Schub- und Scherfestigkeit, sowie Schwellungsverhältnisse des Betons. Die gegenwärtigen Methoden zur Bestimmung der Konsistenz des Betons müssen revidiert und internationali-

siert werden. Die so erhaltenen Prüfungsergebnisse müssen den Grund für eine zukünftige Revidierung der Zement- und Betonnormen bilden, wobei besonders beachtet werden muss, dass die zulässigen Beanspruchungen bei Berechnung verschiedener Betonkonstruktionen mit Rücksicht auf die Anwendungen des hochwertigen Betons geändert werden können. Oben genannte und auch andere Betonfragen müssen gelöst werden auch mit Rücksicht auf die Anwendungen des Betons in Betonstrassen, wo auch die Festigkeit gegen Abnutzung von grossem Wert ist.

In Schweden sind im Jahre 1926 umfassende Beton- und Zementprüfungen vorgeschlagen worden, deren Ergebnisse zusammen mit praktischen Erfahrungen einen Grund zur Revision der jeweiligen schwedischen Bestimmungen ausmachen sollten. Die Untersuchungen, die hoffentlich in nächster Zeit angefangen werden können, sind sehr erforderlich, teils um in rationeller Weise die hochwertigen Zemente und davon hergestellten Beton ausnutzen zu können, teils um zukünftig die bedenklichen Schäden verhüten zu können, die nach ein oder mehreren Jahrzehnten und in gewissen Fällen nach kurzer Zeit auf Beton oder im Beton entstanden sind. Bei Beton, der nach älteren Methoden hergestellt worden ist, hat sich nämlich gezeigt, dass ein grosser Teil der im In- und Auslande ausgeführten wichtigen Betonkonstruktionen, wie Wasserkraftanlagen, Dammbauten, Kaie, Brücken usw. dadurch geschädigt worden ist, dass Zement im Beton aufgelöst oder vom Wasser zerlegt wurde.

Herr Prof. Roš

spricht den Wunsch aus, die Festigkeitsprüfung der Zemente mit plastischem Mörtel in den Zementlaboratorien der Materialprüfungsanstalten aller Länder einer eingehenden Prüfung zu unterziehen, um eine den wirklichen Verhältnissen der Beton- und Eisenbetonbauweise entsprechende internationale Prüfungsmethode zu schaffen, wie sie bei der Normenprüfung der Stähle bereits besteht. Findet die Zementindustrie die Zementlaboratorien für die plastische Prüfungsmethode einig und geschlossen, so wird sie sich auch, wie dies bereits in der Schweiz erfolgt ist, nicht verschliessen, die Festigkeitsprüfung mit plastischen Mörteln als verbindliche Normenprobe zu anerkennen.

ANMERKUNGEN

1. R. Féret; „L'essai des liants hydrauliques en prismes de mortier plastique“.
Diskussionsbericht No. 16 der Eidg. Materialprüfungsanstalt, Zürich 1926.
2. M. Roš; „Die zukünftigen schweizerischen Normen für Bindemittel auf Grundlage von Untersuchungsergebnissen der EMPA in den Jahren 1922 bis 1924“.
Diskussionsbericht No. 1 der Eidg. Materialprüfungsanstalt, Zürich 1925.
„Die Prüfung der Zemente mit plastischem Mörtel“.
Diskussionsbericht No. 10 der Eidg. Materialprüfungsanstalt, Zürich 1926.
„Ergebnisse vergleichender Prüfungen von schweizerischen und ausländischen Zementen entsprechend den schweizerischen Normen“.
Sonderabdruck aus dem XVI. Jahresbericht des Vereins Schweiz. Zement-, Kalk- und Gipsfabrikanten, 1927.

FESTIGKEITSPROBEN DER ZEMENTE, MITEINSCHLUSS VON RAUMBESTÄNDIGKEIT UND SCHWINDEN

von

PROF. DR. ING. W. GEHLER

Direktor der bautechnischen Abteilung des Staatl. Versuchs- und Materialprüfungsamtes
Dresden

I. TEIL: STATISTIK DER FESTIGKEITEN UND ABBINDEZEITEN, NORMUNGS-PROBLEME UND STATISTISCHE FORSCHUNGS- METHODEN

Die Abhängigkeit der Normendruckfestigkeit N von der Zeit wird wie üblich in der sogen. „Zeit-Druckfestigkeits-Linie“ dargestellt. Nach meinem Vorschlag von 1924 kann man dann 3 Klassen von Zementen mit folgenden kennzeichnenden Merkmalen unterscheiden. Als zu normende Bezeichnung wird vorgeschlagen:

Normen-Druckfestigkeit = N .

Als Ausgangspunkt, auf den die übrigen Werte zu beziehen sind, wird in Uebereinstimmung mit den Eisenbetonbestimmungen N_{28} = Normen-Druckfestigkeit bei 28 Tage Alter (kombinierte Lagerung) gewählt. (1 Tag. Lagerung in feuchter Luft, 6 Tage unter Wasser, 21 Tage in Luft).

Zu unterscheiden sind die drei Zeitabschnitte von 0 bis 3, von 3 bis 28 und von 28 bis 365 Tagen. Die drei Klassen der Zemente ergeben sich dann, wenn man auf den Ordinaten bei 0 und 365 Tage Alter die Werte 200, 400, 600, 800, 1000 kg/cm^2 . aufträgt und die erhaltenen Punkte gemäss Abb. 1 durch schräg ansteigende Linien verbindet. Als brauchbare Durchschnittswerte können folgende gelten:

- | | | |
|------------|---|--------------------------------|
| I. Klasse: | Handelszement | $N_{28} = 350 \text{ kg/cm}^2$ |
| II. „ | Hochwertiger Portland-Zement | $N_{28} = 550$ „ |
| III. „ | Sonder-Zement oder Spezial-Zement | $N_{28} = 750$ „ |

bei einem Klassen-Abstand von 200 kg/cm^2 .

Die Werte bei 3 bzw. 365 Tage Alter ergeben sich dann aus N_{28} wie folgt:

- | | | |
|------------|---------------------|-------------------------|
| I. Klasse: | $N_3 = 0,5 N_{28}$ | $N_{365} = 1,45 N_{28}$ |
| II. „ | $N_3 = 0,6 N_{28}$ | $N_{365} = 1,20 N_{28}$ |
| III. „ | $N_3 = 0,75 N_{28}$ | $N_{365} = 1,10 N_{28}$ |

¹⁾ W. Gehler, Vortrag über Hochwertige Zemente auf der Hauptversammlung des Deutschen Portland Zement-Fabrikation-Vereins am 28. März 1924 (s. Zeitschrift „Der Zement“ 1924).

Die 3 Klassen der Zemente und die 3 Zeitabschnitte der Zeit-Festigkeitslinie.

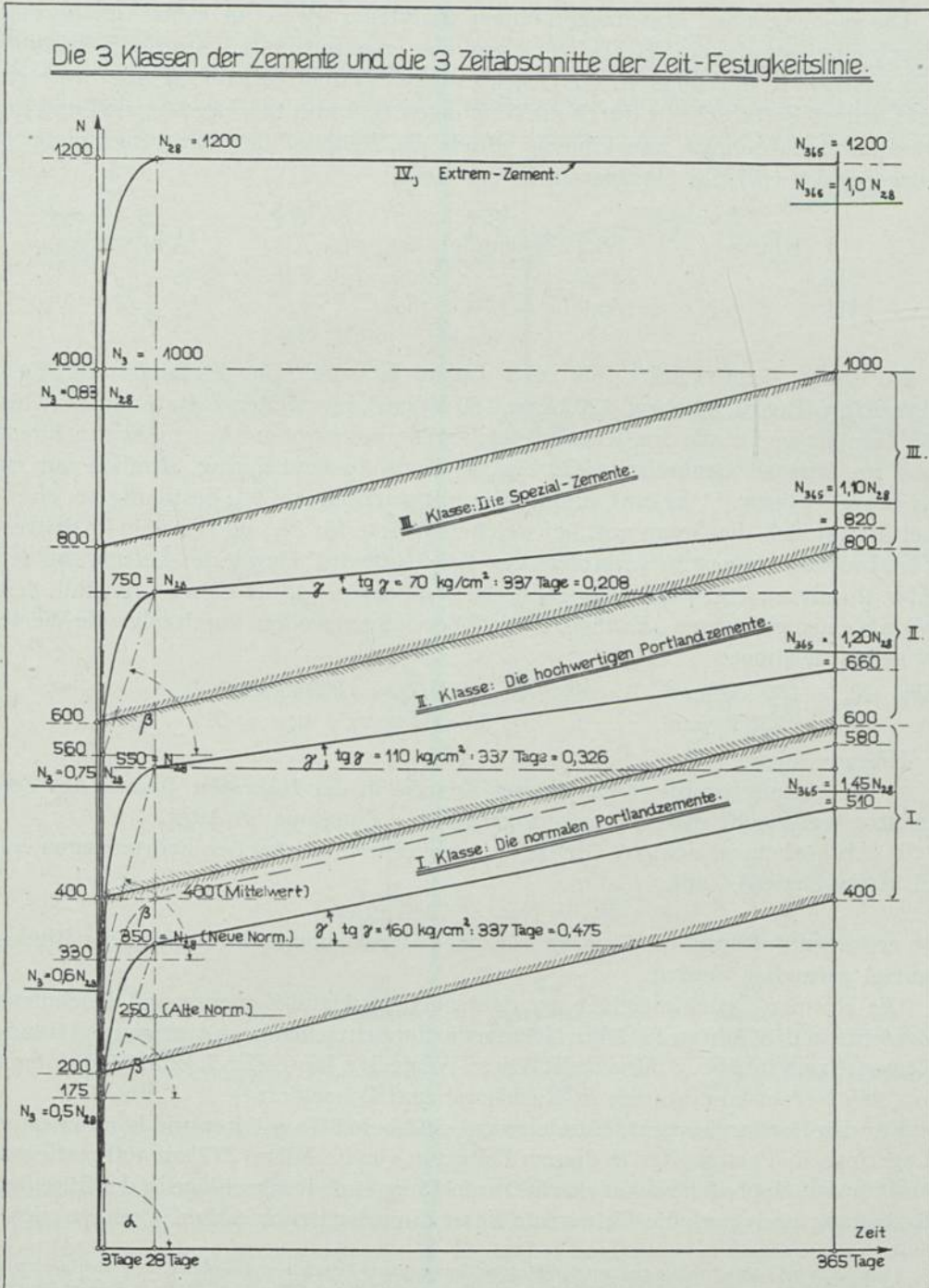


Abb. 1

Die geometrischen Linienzüge können analytisch jeweils in erster Annäherung durch eine Gerade, ein Parabelstück und eine zweite Gerade dargestellt werden. Ein weiteres Kennzeichen ist die Druckfestigkeits-Zunahme pro Tag, die im ersten und dritten Zeitabschnitt durch die Neigungen $\text{tg } \alpha$ und $\text{tg } \gamma$ der Geraden und im zweiten Zeitabschnitt zweckmässig durch die Neigung der Parabelsehne $\text{tg } \beta$ ausgedrückt wird. Sie betragen in kg/cm^2 etwa:

		$\text{tg } \alpha$	$\text{tg } \beta$	$\text{tg } \gamma$
I. Klasse	58,3 abgerundet	60	7,0	$\frac{1}{2} \text{ kg/cm}^2$
II. „	110,0	120	8,8	$\frac{1}{3}$ „
III. „	186,7	180	7,6	$\frac{1}{5}$ „
			i. M. 8,0	

Im ersten Zeitabschnitt (bis zu 3 Tagen) ist somit die Zunahme der Festigkeit pro Tag rd. 60 bzw. 120 bzw. 180 kg/cm^2 , im zweiten Zeitabschnitt (3 bis 28 Tage) ist sie für alle drei Klassen gleich gross und zwar zu 8 kg/cm^2 anzunehmen und im dritten Zeitabschnitt (28 bis 365 Tage) äusserst gering, nämlich nur zu $\frac{1}{2}$ bzw. $\frac{1}{3}$ bzw. $\frac{1}{5}$ kg/cm^2 , nimmt also mit wachsendem N_{28} beständig ab. Hierbei drängt sich die Frage auf, bei welchem Werte für N_{28} die Geraden im dritten Zeitabschnitt wagerecht verlaufen, also $\text{tg } \gamma = 0$ wird. Durch die Auftragung der Abb. 2 (mit $x = \text{tg } \gamma$ und $y = N_3$ bzw. N_{28} bzw. N_{365}) ist dieser Grenzfall, den wir als einen gedachten „Extrem-Zement“ bezeichnen wollen, durch folgende Werte N gekennzeichnet:

$$\begin{aligned} \text{also } N_3 &= 1000 \text{ kg/cm}^2 & N_{28} &= N_{365} = 1200 \text{ kg/cm}^2 \\ \text{tg } \alpha &= 333 \text{ kg/cm}^2 & \text{tg } \beta &= 8 \text{ kg/cm}^2 \quad \text{tg } \gamma = 0. \end{aligned}$$

Hieraus folgt:

1) Je stürmischer die Verfestigungs-Energie in der frühesten Jugend des Zementes verbraucht wird, umso geringer ist ihre Zunahme im Alter.

2) Als höchste erreichbare Grenze ist nach diesen statistischen Erörterungen ein „Extrem-Zement“ mit

$$N_{28} = N_{365} = 1200 \text{ kg/cm}^2$$

zu erwarten, falls nicht neue grundsätzliche Umwälzungen im Aufbau der Bindemittel gefunden werden.

Die Normen-Druckfestigkeit der deutschen Portland-Zemente und Hochofen-Zemente in den Jahren 1913 bis 1926, sowie der deutschen hochwertigen Portland-Zemente sind in Abb. 3 dargestellt. Diese Werte der Jahresdurchschnitte stammen aus den Vereinslaboratorien in Karlshorst und Düsseldorf¹⁾.

Für den Portlandzement, Handelsware, sind bei 28 Tage Alter und kombinierter Lagerung die Festigkeiten in diesem Zeitraum von im Mittel 377 auf 460 gestiegen und für den Hochofenzement von 300 auf 415 kg/cm^2 . Rückschläge in der Güte der Erzeugung sind durch die Tiefpunkte dieser Linie der Druckfestigkeit gekennzeichnet.

¹⁾ Die kleinen Unterschiede zwischen den Werten der Portland-Zemente u. denen der Hochofen-Zemente in Abb. 3 u. 4 rühren von der Verschiedenheit der Probeentnahme und den Verhältnissen bei der Durchführung der Prüfung her. Praktisch besteht heute kein Unterschied in den Ergebnissen der Prüfung der Portlandzemente, der Eisenportlandzemente u. der Hochofenzemente nach den jeweils massgebenden Normen.

net. (s. die Punkte A und B). Sie fallen nicht in den Weltkrieg selbst, wohl aber in die Jahre nach der Revolution 1919 und 1920 und in das Jahr der Ruhrbesetzung 1923 als Folgen der grössten Kohlennot. In unserem Bilde sind auch die Werte im Alter von 7 Tagen, sowie die alten Normen und die neuen Normenvorschläge ge-

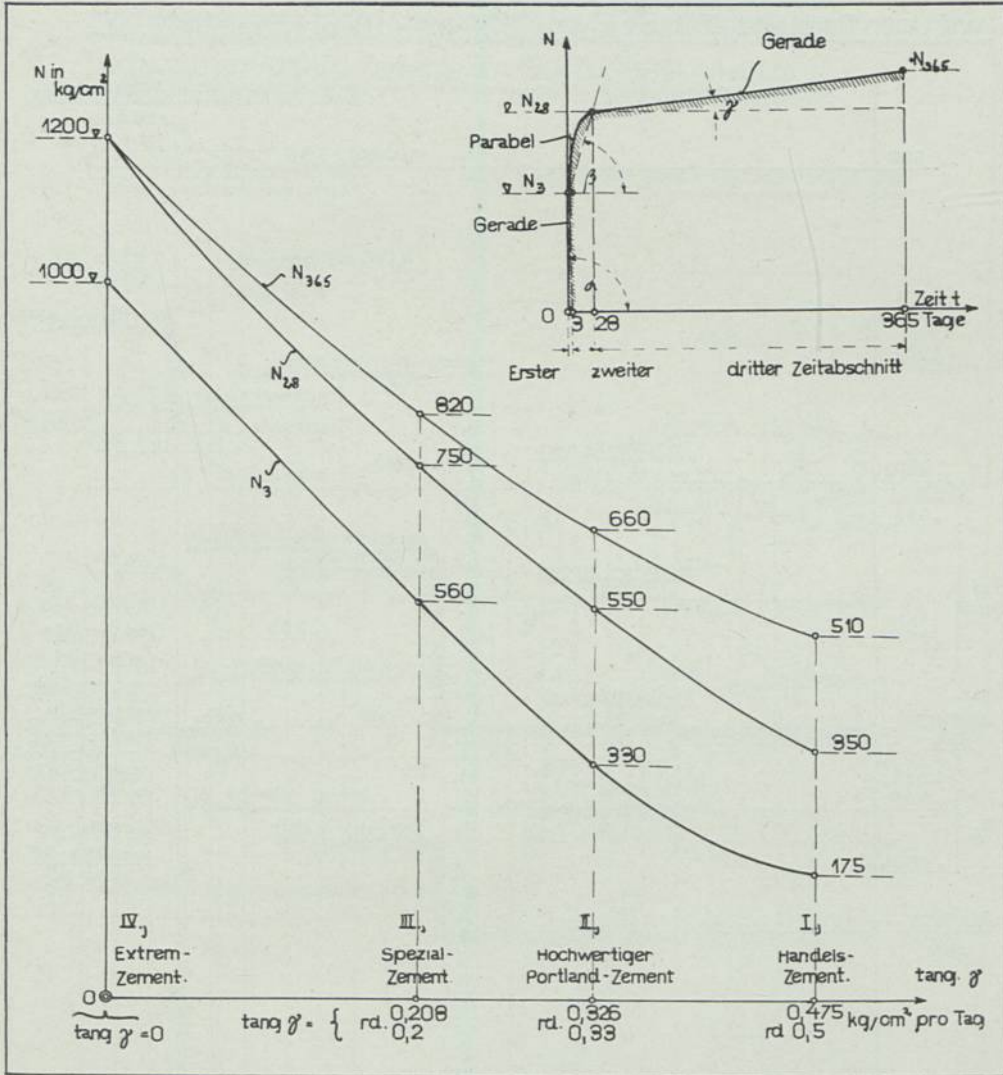


ABB. 2

strichelt eingetragen. Die entsprechenden Angaben für hochwertigen Portlandzement erstrecken sich auf die letzten 3 Jahre und auf das Alter von 3, 7 und 28 Tagen bei Wasserlagerung, sowie von 28 Tagen bei kombinierter Lagerung mit dem Mittelwerte von 610 kg/cm² (gegenüber 405 bei Handelszement). Abb. 4 gibt die entsprechenden Zahlenwerte für Zugfestigkeit, die sich bei Portlandzement in dem ge-

Die Normen-Druckfestigkeit der deutschen Portland-Zemente und Hoch-
ofen-Zemente in den Jahren 1913 bis 1926 und der deutschen hoch-
wertigen Portland-Zemente von 1924 bis 1926. (in kg/cm²).

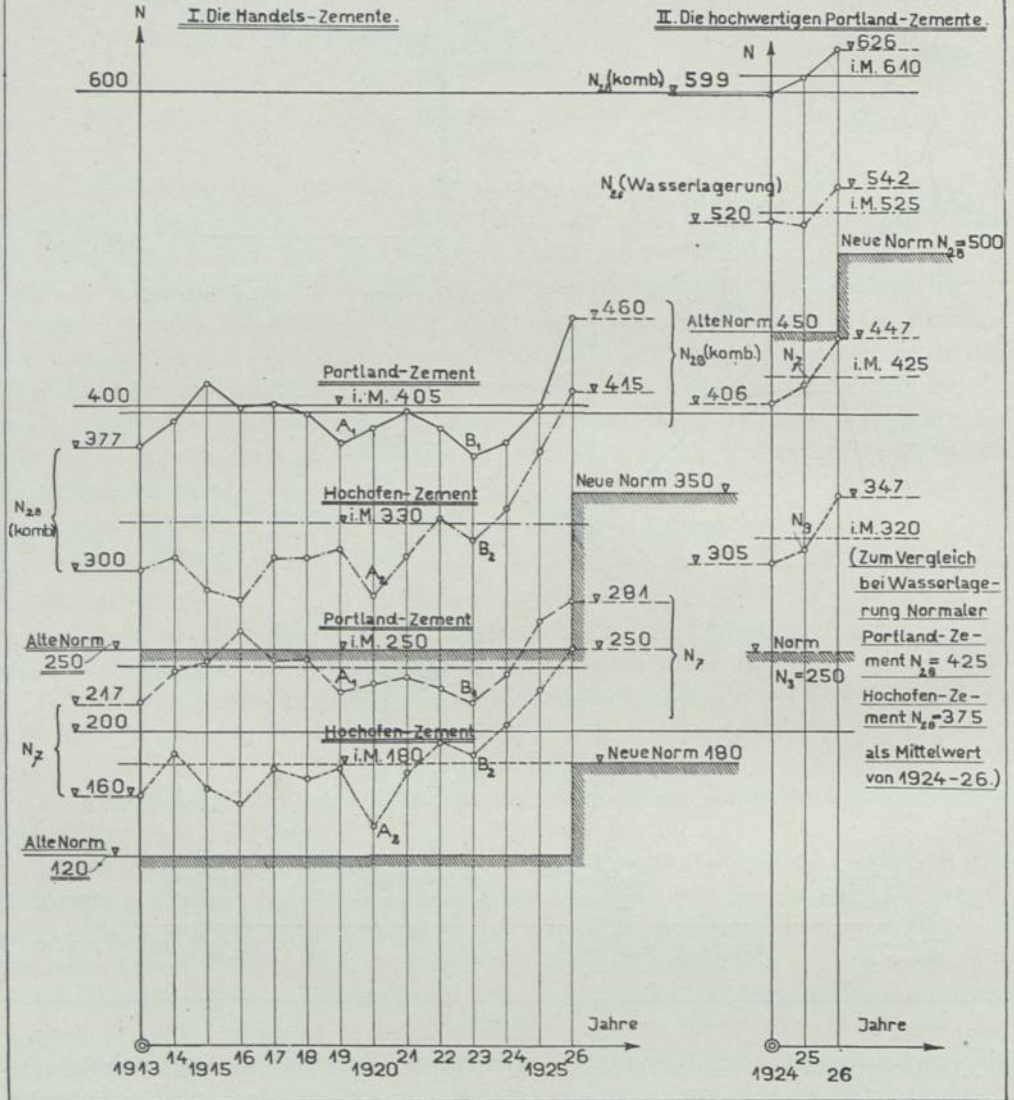


Abb. 3

Die Normen-Zugfestigkeit der deutschen Portland-Zemente und
Hochofenzemente in den Jahren 1913 bis 1926 und der deutschen
hochwertigen Portland-Zemente von 1924 bis 1926. (in kg/cm²)

I., Die Handelszemente.

II., Die hochwertigen Portlandzemente.

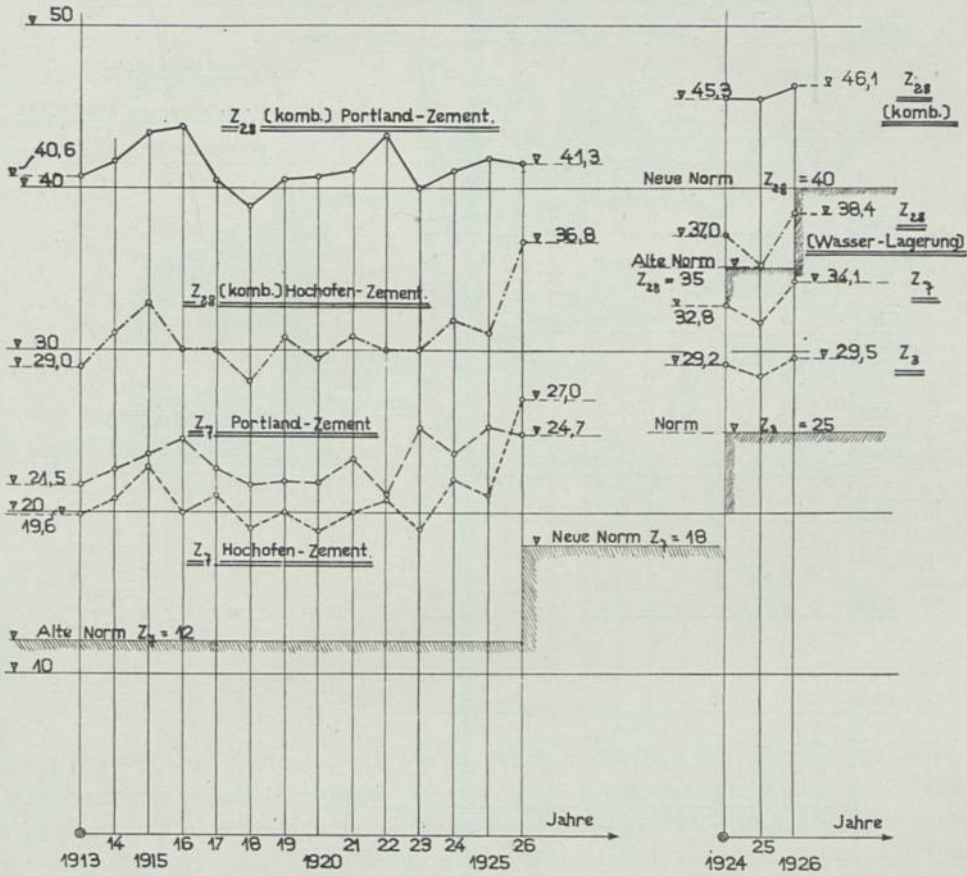


ABB. 4

nannten Zeitraum von 40,6 bis 41,3 und beim hochwertigen Zement von 45,3 bis 46,1 bewegt. Eine der Hauptaufgaben in der Zukunft wird es sowohl für die Zement-Erzeuger, wie auch für die Zement-Verbraucher sein, die Zugfestigkeit des

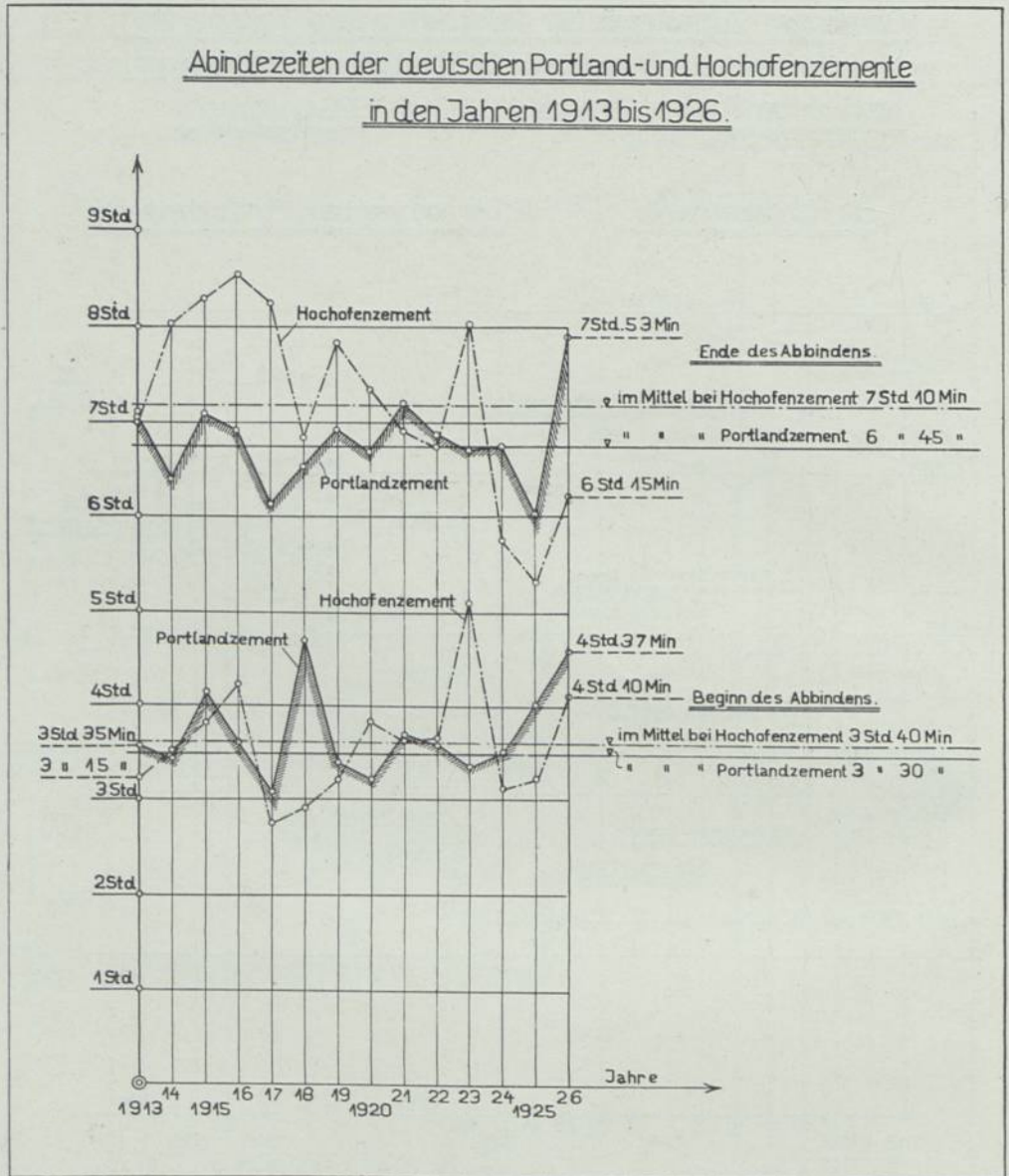


ABB. 5

Zementes und des Betons, besonders bei hochwertigen Zementen zu heben, wozu uns vor allem die Probleme des Strassenbaues zwingen. Endlich sind noch die Abbindezeiten der deutschen Portland- und Hochofenzemente in den Jahren 1913 bis

1926 in Abb. 5 dargestellt. Hiernach ergab sich als *Gesamtmittel bei Portlandzement für den Beginn des Abbindens 3 Stunden 30 Minuten* und für das *Ende des Abbindens 6 Stunden 45 Minuten*. Das Jahresmittel des letzten Jahres liegt allerdings *um etwa eine Stunde höher*, sowohl beim *Beginn*, wie beim *Ende des Abbindens*.

Die deutschen Eisenportlandzemente zeigen grundsätzlich die gleiche Entwicklung (nach den Angaben des Düsseldorfer Vereins-Laboratoriums).

Eine der wichtigsten Aufgaben, vor der wir zur Zeit in Deutschland stehen, ist die Neubearbeitung unserer Deutschen Normen, die bisher 18 Jahre bestanden haben. Es hat sich nämlich herausgestellt, dass die Ergebnisse der Normenprüfung

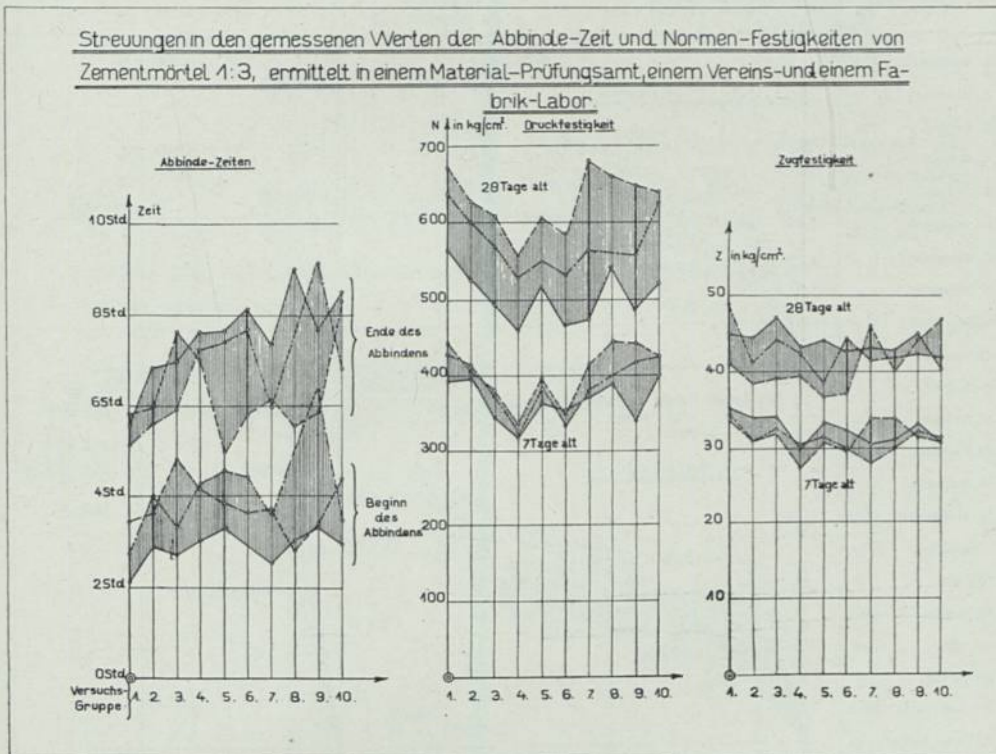


ABB. 6

ein und desselben Zementes an verschiedenen Orten trotz aller Genauigkeit der Ausführung dennoch wesentlich von einander abweichen. Der Hauptgrund hierfür liegt wohl hauptsächlich in dem Unterschiede der Luftfeuchtigkeit und des verwendeten Wasserzusatzes. Als Beispiel möge Abb. 6. dienen. Es zeigt die Ergebnisse, die bei der Normenprüfung ein und desselben Zementes hinsichtlich des Abbindens der Druckfestigkeit und der Zugfestigkeit in drei verschiedenen Laboratorien gefunden worden sind und zwar in einem Materialprüfungsamt, im Vereinslaboratorium Karlshorst und in einem Fabriklaboratorium. Die jeweils auf einer Ordinate liegenden drei Punkte hätten bei voller Uebereinstimmung der Ergebnisse zu-

sammenfallen, also die schraffierten Flächen zu einer Linie zusammenschrumpfen müssen. Hier gilt es also, zunächst einmal eine volle Einheit und Uebereinstimmung in Deutschland selbst zu schaffen.

Eine zweite Frage ist es, ob eine einheitliche Regelung auf internationalem Gebiete möglich sein wird. Hinsichtlich der Festigkeitsprüfung zeigt der Ueberblick von Abb. 7, dass von 22 Staaten 16 die Prüfung der Druckfestigkeit vorschreiben und zwar 14 die übliche Wasserlagerung mit einem Mischungsverhältnis 1 : 3 nach

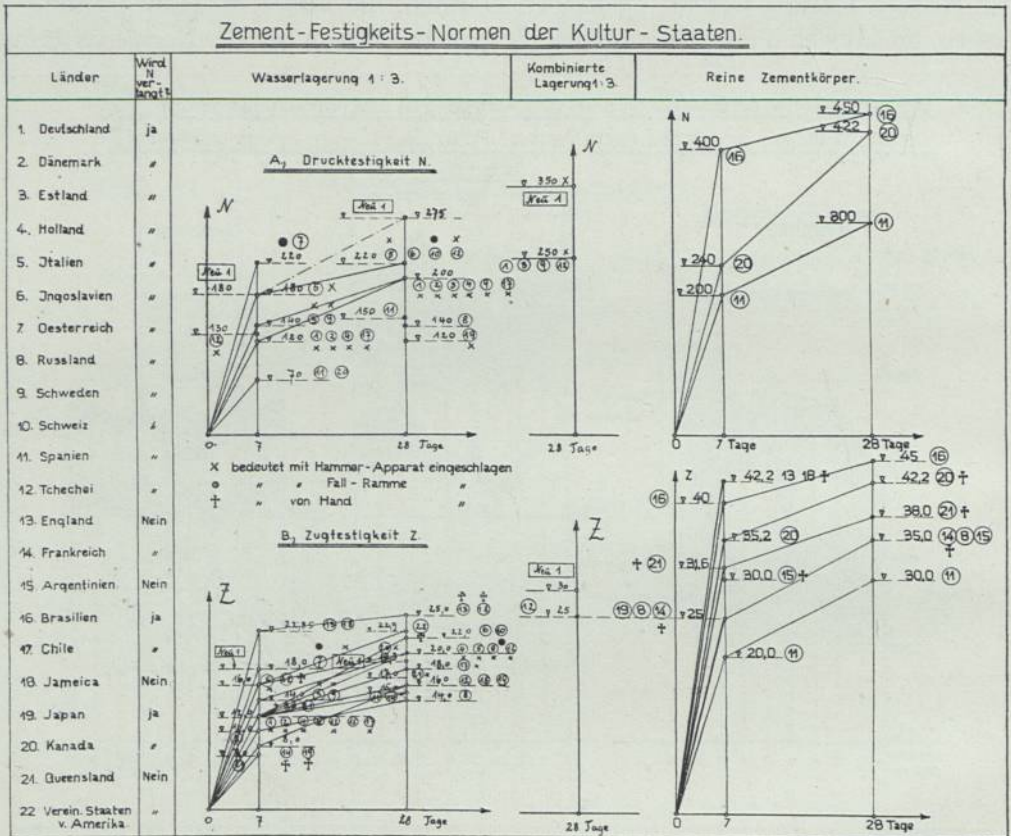


ABB. 7

7 oder 28 Tagen, 4 die entsprechende kombinierte Lagerung nach 28 Tagen und 3 Staaten die Druckproben mit reinem Zement bei 7 und 28 Tage Alter. Die Zugfestigkeit wird von sämtlichen Ländern, die überhaupt Zementnormen haben, gefordert. Sie schwankt jedoch z. B. bei 7 Tage Alter und Wasserlagerung 1 : 3 von 7 bis 23 kg/cm² und im Alter von 28 Tagen von 14 bis 25 kg/cm². Hierzu kommt vor allem noch, dass zwei Länder und zwar Oesterreich und die Schweiz, bei der Herstellung der Probekörper die Fallramme benutzen, während in Frankreich, England, Kanada, Queensland und Jamaica die Probekörper von Hand eingeschlagen werden. Als ein besonderer wissenschaftlicher Mangel wurde seither empfunden, dass

die statistischen Forschungsmethoden für die alltäglichen Aufgaben der Materialprüfung noch nicht in eine zweckmässige einfache Anwendungsform gebracht worden waren. Diesem wichtigen Zwecke dienen eine Reihe neuerer Arbeiten, die auf den bekannten Grundlagen von Gauss (Methode der kleinsten Quadrate), Pearson und anderen beruhen und zwar:

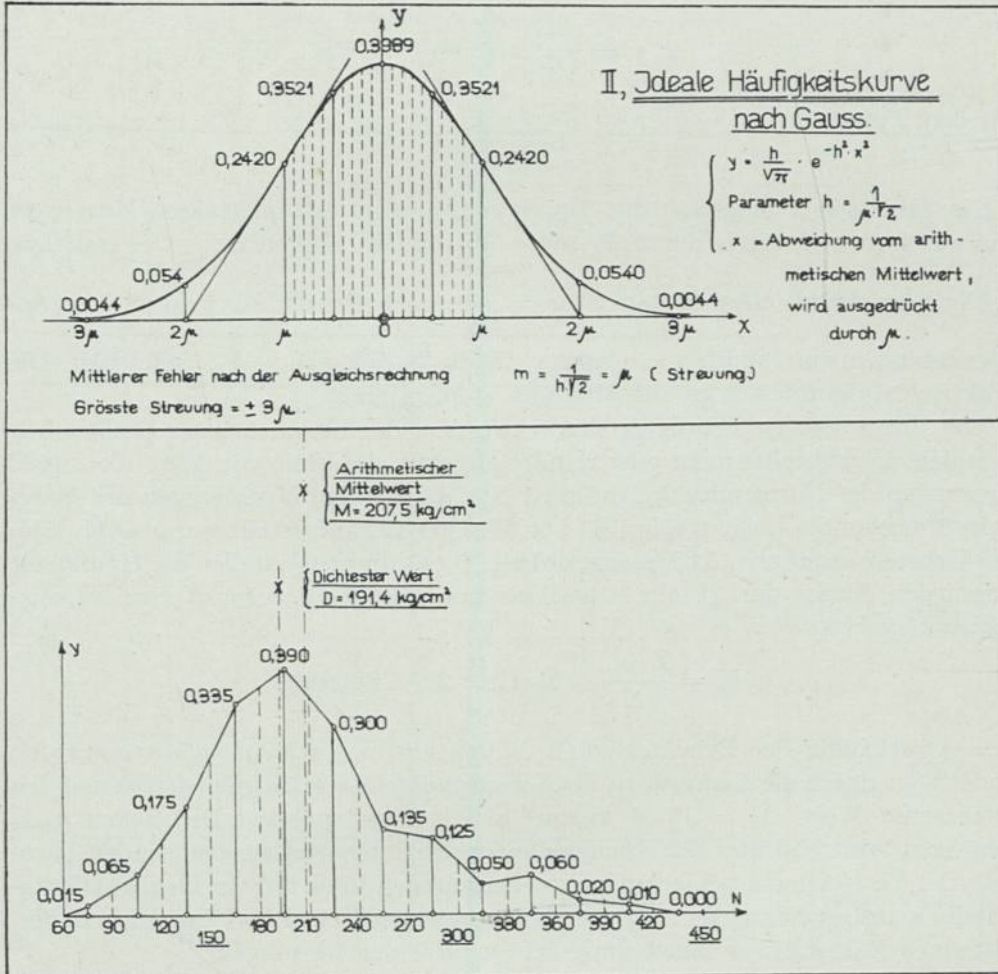


ABB. 8a u. b

1906. H. Bruns, Leipzig. Wahrscheinlichkeits-Rechnung und Kollektiv-Masslehre (Verlag von Teubner-Leipzig).
 1921. Czuber, Wien, Die statistischen Forschungsmethoden.
 1923. Gravelius, Dresden, Zeitschrift für angewandte Mathematik und Mechanik 1. Jahrg. 1 Bd.
 1924. L. Koch, Dresden, Beiträge zur Häufigkeitsrechnung und Korrelations-

Methode in ihren Anwendungen auf Fragen des Ingenieurwesens, Dissertation (Lehrstuhl von Prof. Dr. Engels).

1927. W. Drechsel, Dresden, Ein Beitrag zur Beurteilung der Festigkeit von Zementmörtel und Beton, Dissertation (Lehrstuhl von Prof. Dr. Beyer).

Die ideale Häufigkeitskurve nach Gauss darf wohl als allgemein bekannt vorausgesetzt werden (Abb. 8a). Ihre Gleichung lautet:

$$y = \frac{h}{\sqrt{\pi}} \cdot e^{-h^2 x^2}$$

mit dem Parameter

$$h = \frac{1}{\mu\sqrt{2}}.$$

Die Abscissen x bedeuten die Abweichungen vom arithmetischen Mittelwert und werden zweckmässig durch die sögen. „Streuung“ ausgedrückt. Der „mittlere Fehler“ der Ausgleichsrechnung ist $m = \frac{1}{h\sqrt{2}} = \mu$. Aus Abb. 8a geht die Lage der Wendetangente im Punkte $x = \mu$ hervor, die die X-Achse in $x = 2\mu$ schneidet. Die praktisch vorkommende grösste Streuung ist hiernach 3μ .

Von dieser idealen Häufigkeitskurve weichen die Linien unserer praktischen Beispiele naturgemäss mehr oder minder ab, z. B. die Linie von 168 · 10 = 1680 Messungen der Normendruck-Festigkeit N , die nach den Mitteilungen des Materialprüfungsamtes Lichterfelde 1911 von W. Drechsel aufgestellt wurde (Abb. 8b). Die Urliste wurde nach 13 Klassen geordnet. Die Ordinaten y stellen die Häufigkeit einer jeden Klasse dar. (Linksseitige Unsymmetrie des Polygons.) *Den arithmetischen Mittelwert*

$$M = \frac{\sum (y \cdot \varepsilon)}{\sum y} + U = 207,5 \text{ kg/cm}^2$$

(ε = Abweichung der Druckfestigkeit N von einem geschätzten Mittelwert U) findet man durch die *Bestimmung des Schwerpunktes der Häufigkeitsfläche* und den „dichtesten Wert“ $D = 191,4 \text{ kg/cm}^2$ als den zur grössten Dichtigkeit y_{\max} gehörigen Wert N (unter der Annahme einer den Linienzug ausgleichenden Parabel). Der Vergleich der bei jedem Beispiel erhaltenen Linie mit der idealen Häufigkeitslinie, insbesondere das Auftreten einspringender Ecken und Zacken u. dergl., gibt einen Massstab zur Beurteilung der Qualität der Messungen.

Die *Korrelationslehre* behandelt nun die *Beziehung* zwischen irgendwelchen Merkmalen eines Kollektives und zwar von 2 oder mehreren solchen, z. B. Abb. 9 zwischen der Normendruckfestigkeit N und der Zugfestigkeit Z auf Grund von 3000 Lichterfelder Messungen 1907 bis 1912. Nach der erfolgten Einteilung in Klassen wird die Häufigkeit jeder Klasse festgestellt (s. die kleinen Zahlen) und sodann die Abweichung vom Mittelwert durch Multiplikation der Klassen-Nummern (s. die grossen Zahlen z.B. letzter Wert rechts unten $9 \cdot 7 = 63$). Hier tritt $\sum y \cdot \varepsilon_x \cdot \varepsilon_y$ anstelle von $\sum y \cdot \varepsilon$.

Praktisch wertvoll ist der sogen. *Korrelations-Faktor*

$$r = \frac{\sum x y}{n \cdot \mu_x \mu_y}$$

Im *Grenzfall* $r = 1$ besteht eine funktionale Beziehung, dagegen bei $r < 1$ nur

KORRELATION ZWISCHEN NORMEN, DRUCK, UND ZUGFESTIGKEITEN (NACH W. DRECHSEL, DRESDEN).

Normenzugfestigkeiten nach 7 Tagen.

	8-10	10-12	12-14	14-16	16-18	18-20	20-22	22-24	24-26	26-28	28-30	30-32	32-34	34-36	Σ	$M_x^{(y)}$	X
	-6	-5	-4	-3	-2	-1	0	+1	+2	+3	+4	+5	+6	+7			
60-90	4	1	2	0,5	3,5	12,714	
90-120	3	1,5	8,5	5,5	6	15,5	13,58	
120-150	2	1	5,5	9,5	14,5	7,5	0,5	39,5	15,86	
150-180	1	.	.	5,5	29,5	38,5	8,5	81,5	18,20	$M_x^* = 20,56$
180-210	0	.	1	8,5	28,5	22,5	12,5	1	72,0	20,08	$\mu_x = 2,12$ (= 4,24)
210-240	1	.	.	1,5	7,5	21,5	13,5	7,5	1	.	1	.	.	.	63,0	21,79	
240-270	2	9,5	13,5	14,5	4,5	1	8	.	.	.	42,0	23,81	
270-300	3	.	.	.	1	3,5	6,5	8,5	7,5	2,5	12	.	.	.	28,0	24,75	
300-330	4	2	4,5	4,5	1	16	.	1	24	12,5	26,36	
330-360	5	1	.	2,5	2	1,5	0,5	1	35	9,5	28,79	
360-390	6	1	12	.	24	2	30	.	4,0	29,00	
390-420	7	1	28	.	.	.	1,0	29,00	
420-450	8	1	32	.	.	.	1,0	29,00	
450-480	9	1	63	1,0	35,00
$\Sigma =$	2,0	3,5	17,0	21,0	51,5	83,0	74,0	49,0	35,0	20,5	9,5	4,5	1,5	2,0	374,0		
μ_y	135,0	105,0	116,46	137,15	161,50	179,43	215,10	239,70	264,42	292,32	331,68	325,0	405,0				
μ_x																	

ABB. 9

eine korrelative Beziehung, bei der eine Umkehrung der Beziehung zwischen x und y nicht möglich ist. In unserem Beispiel ist $r = 0,864$. Damit ist erwiesen, dass zwischen N und Z keine feste Funktion besteht, wohl aber doch ein sehr starker korrelativer Zusammenhang (nahezu $r = 1$). Trägt man in Abb. 10c als Ordinaten die Werte N und als Abscissen die errechneten Klassen-Mittelwerte von

Z auf, so erhält man die eine Gerade AB und dann, wenn man umgekehrt als Abszissen die Werte Z und als Ordinaten die Klassen-Mittelwerte von N aufträgt, eine

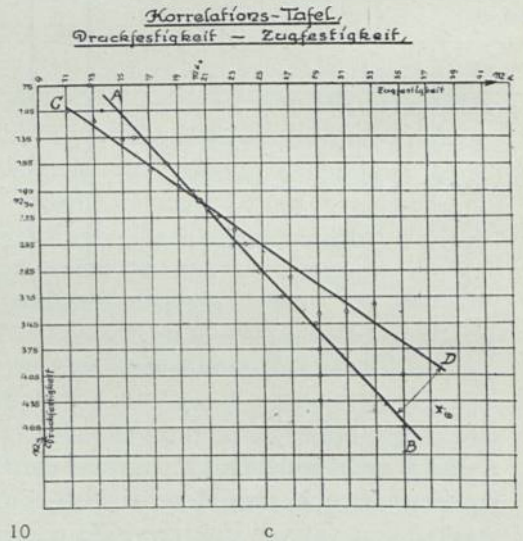
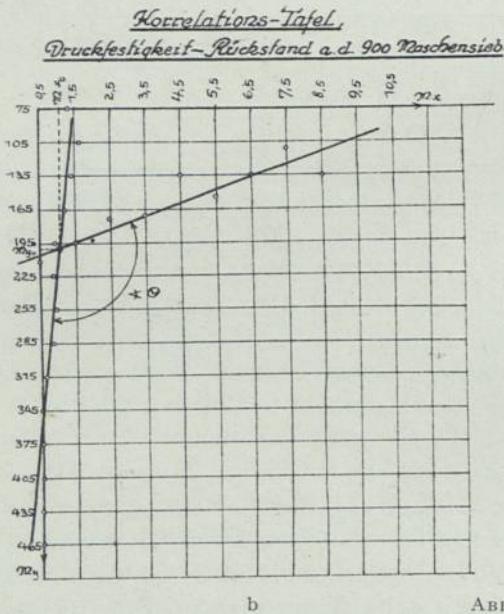
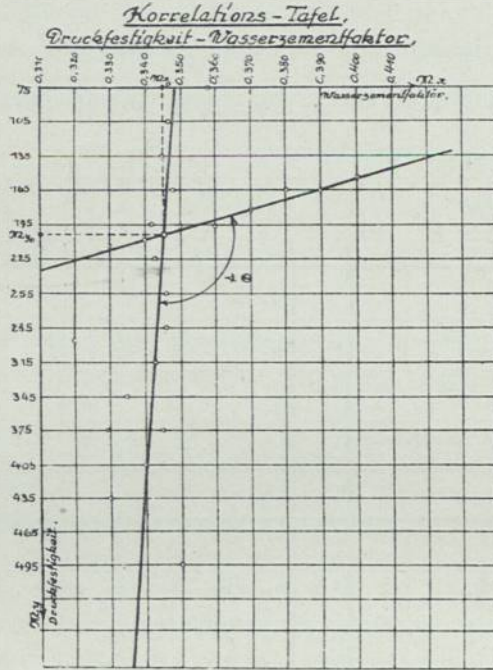


ABB. 10

zweite Gerade CD. Im Grenzfall $r = 1$ müssen beide Geraden, die geometrisch betrachtet, die Grundrisslage der Schwerpunkte in den Querprofilen des Häufigkeits-

hügels angeben, zusammenfallen. Starke Abweichungen, also einen grossen Winkel zwischen beiden Geraden zeigt die Tafel der Abb. 10a, die die Beziehung zwischen N und dem Wasserzementfaktor w darstellt ¹⁾ mit $r = -0,099 = \text{rd. } -0,1$, sowie die Tafel der Abb. 10b (Druckfestigkeit und Rückstand auf dem 900-Maschensieb) mit $r = -0,238$.

Für die bekannte, neuerdings viel erörterte Beziehung ¹⁾ von O. Graf-Stuttgart zwischen der Betonwürfelfestigkeit W_{28} und dem Wasserzementfaktor w errechnet sich $r = -0,683$. Sie stellt also keinesfalls eine Funktion dar, sondern gibt nur Kleinstwerte und Grösstwerte an. (geometrisch also keine Linie, bei der eindeutig einem Wert x ein Wert y zugeordnet ist, sondern ein Flächenbereich). Hieraus erklärt sich auch, warum die Beziehung zwischen N und w mit $r = -0,1$, also einem sehr schwachen korrelativen Zusammenhang uns schon infolge kleiner Verschiedenheit des Wasserzusatzes bei den Zementprüfungen die bekannten starken Abweichungen bringt. (s. Abb. 6).

Unser Ziel muss daher sein, die Normen-Vorschriften so zu verbessern, dass wir wenigstens einige wenige möglichst eindeutige funktionale, also klare Beziehungen mit r nahezu $= 1$ erhalten.

II. TEIL. RAUMBESTÄNDIGKEIT UND SCHWINDEN.

Der Stand in der früher viel erörterten Frage der Raumbeständigkeit ist seit dem Weltkriege nicht nennenswert geändert worden. Man begnügt sich, in den Normen mit den bekannten Zementkuchen, benutzt nach wie vor im Laboratorium die Vicat'sche Nadel, legt aber ganz besonderen Wert auf die Erkenntnis von Treibrissen bei der Baukontrolle. Abb. 11 zeigt die Bilder, die den Vorschriften für die Baukontrolle des Deutschen Beton-Vereins und der *Dienstanweisung der Reichsbahndirektion Köln* beigegeben sind, um den Unterschied zwischen Treibrissen und Schwindrissen jedem Bauführer klar zu machen. Denselben Zwecke dienen die neuen „Anweisungen“ der Deutschen Reichsbahn-Gesellschaft wo auch die Koch- und Darrprobe empfohlen wird.

Das Schwinden ist noch verhältnismässig wenig erforscht, hat aber doch grosse Bedeutung gerade für die Probleme des Strassenbaues unter Verwendung von hochwertigem Zement und von Zusätzen von Granitmehl und dergl., die dem bekannten Solidität ähnlich sind. Um das „Schwindgesetz“ als Gegenstück zu dem Elastizitätsgesetz der Druck- und Zugversuche zu erkennen, empfehle ich folgende, m. W. neue Linie aufzutragen.

Bekannt ist 1) die Zeit-Schwindungs-Linie ($t-\delta$ -Linie) s. Abb. 12a, ferner 2) die Zeit-Druckfestigkeits-Linie ($t-N$ -Linie) s. Abb. 12b. Die Flächen, die beide Linien mit der Zeitachse begrenzen, haben jedoch eine Dimension, die sich mechanisch nicht deuten lässt, sodass ihre Erörterung kein Ergebnis verspricht. Trägt man dagegen in Abb. 12c als Ordinaten wiederum die Werte N der Abb. 12b und als Abscissen die Schwindmasse δ in ‰ der Abb. 12a auf, so erhält man eine Dar-

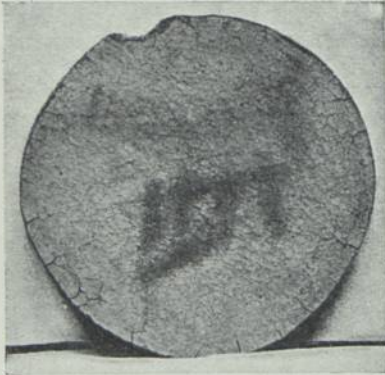
¹⁾ s. W. Gehler, Erläuterungen zu den Eisenbetonbestimmungen 1925, Verlag von Wilh. Ernst & Sohn, Berlin. IV. Aufl. 1927 S. 68.



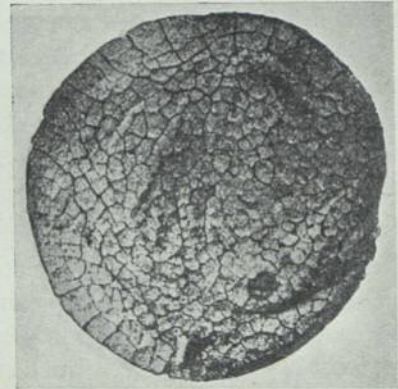
Kuchen in Ordnung



Kuchen mit Schwindrissen



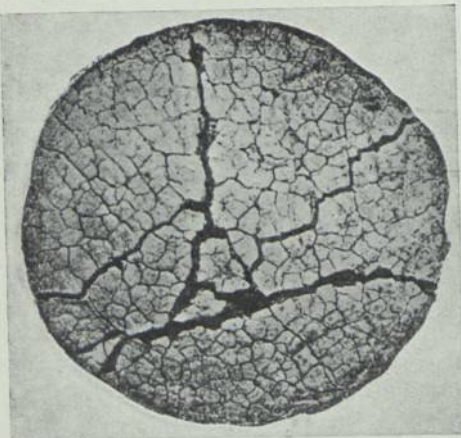
Kuchen mit Kantenrissen



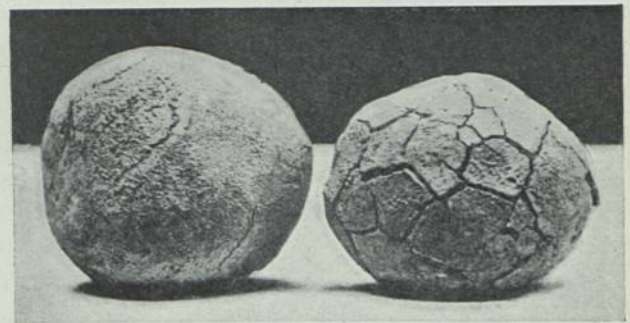
Kuchen mit Netzrissen



Kuchen hohl geworfen



Kuchen völlig zerkocht



in Ordnung Kugeldarrprobe mit starken Treibrissen

Abb. 11

stellung mit denselben Dimensionen wie das bekannte Elastizitätsgesetz der Spannungs-Dehnungs-Linie. Der Flächeninhalt F_d ist auch hier eine Arbeits- oder Energie-Grösse und zwar die Arbeit in kgcm , bezogen auf die Raumeinheit cm^3 , also $\text{kgcm} : \text{cm}^3 = \text{kg/cm}^2$. Wie dort das Elastizitätsmass E durch die Neigung der Tangente an die Spannungslinie bestimmt wird, so ergibt sich hier ein entsprechender Wert „der Schwind-Modul“ ($\text{tg } \alpha'$, $\text{tg } \beta'$, $\text{tg } \gamma'$) von etwa der gleichen Grössenordnung wie E . (s. Abb. 12c). Die Forderungen der Zement-Verbraucher

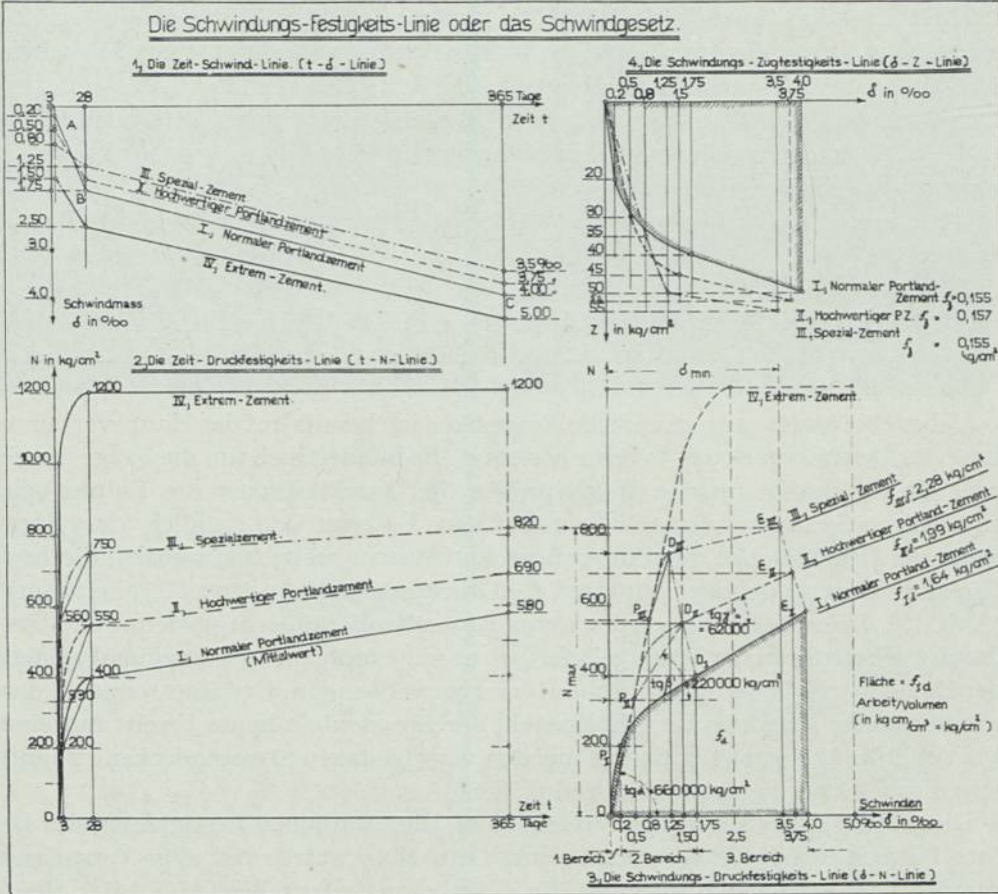


ABB. 12 a—d

lassen sich klar veranschaulichen. Das End-Schwindmass soll ein Kleinstwert und N_{365} ein Grösstwert, die Fläche F_d also möglichst schmal und hoch werden. Diesen Wünschen würde der hier angedeutete Spezial-Zement entsprechen (weil $\delta_{365} = 5 ‰$ praktisch nachteilig wäre). Auf die Wiedergabe einer naheliegenden Hypothese der Schwind-Energie, die man aus den Flächen F_d oder besser einem Bruchteil derselben ermitteln konnte, möge hier verzichtet werden. Sobald grössere Versuchsreihen vorliegen, muss zunächst mit dem Rüstzeug der Korrelationslehre nachgeprüft werden, ob zwischen N und δ tatsächlich ein funktionaler Zusammen-

hang in vollem Masse oder wenigstens annähernd besteht. Bis dahin kann diese neue Darstellung immerhin als ein anschauliches Bild dienen.

In Wettbewerb mit N tritt aber noch die Zugfestigkeit Z, für die in gleicher Weise (s. Abb. 12d) eine „Schwindungs-Zugfestigkeits-Linie“ aufgetragen werden kann. Die Versuchsergebnisse werden entscheiden, ob Abb. 12d oder 12c stärkeren funktionalen Charakter hat.

Eine besondere Beachtung verdienen die *Tonerde-Zemente*, die nicht nur frühhochfest, sondern auch gegen Angriffe von schwefelsäurehaltigen Wässern bewährt sind. Eine noch im Gange befindliche grössere Versuchsreihe in meinem Dresdner Amt hat die Gleichwertigkeit des deutschen Alca-Zementes mit dem französischen Ciment fondu dargetan, und ihn als einen Zement der dritten Klasse ($N_{28} = 750 \text{ kg/cm}^2$) erwiesen. Die umfangreichen Schwindmessungen versprechen weitere Aufschlüsse.

Als Norm möchte ich vorschlagen, das Schwindmass stets in Tausendstel (‰) anzugeben.

III. TEIL. WEITERE PROBLEME DER FESTIGKEITSPRÜFUNG VON ZEMENTEN

Ueber eine andere grundsätzliche Frage habe ich bereits auf der Hauptversammlung des Deutschen Beton-Vereins berichtet. Es handelt sich um die Frage, inwieweit die Ergebnisse unserer Würfelproben die Druckfestigkeit des Betons beim einachsigen Spannungszustand kennzeichnen. Es zeigt sich nämlich, dass dann, wenn die Druckflächen der Probewürfel mit Stearin bestrichen werden, die Endflächenreibung aufgehoben wird und die Druckfestigkeit um etwa 50% herabsinkt (Abb. 13). Diese Versuche wurden nunmehr auch auf Säulen ausgedehnt und hierdurch ein Beitrag zu der Frage geliefert, ob es sich empfiehlt, später einmal anstelle der Druckwürfel lieber zylindrische Körper zu verwenden. Erwähnt sei noch, dass wir in unserer Dresdner Forschungsstelle für Strassenbau heute bereits mit einer aus Amerika bezogenen Maschine aus den verschiedenen Strassendecken zylindrische Probekörper herausbohren und prüfen.

Diese Betrachtungen führten weiter dazu, die sämtlichen Festigkeiten des Betons bildlich in der Zeichensprache von Otto Mohr auf Grund aller Versuchsergebnisse des Deutschen Ausschusses für Eisenbeton darzustellen (Abb. 14)¹⁾. Heute sei nur auf den kleinen Kreis der Zugfestigkeit hingewiesen, in deren Erhöhung wir die wichtigste Aufgabe der Zukunft erblicken.

Die Prüfung der Zugfestigkeit wird künftig wahrscheinlich am einfachsten durch eine Balkenprobe, vielleicht auch durch einen Verdrehungsversuch, erfolgen. Eines der Ergebnisse meiner Erörterungen im Beton-Verein besteht in der Schlussfolgerung, dass die Zugfestigkeit des Beton gleich seiner Verdrehungsfestigkeit sein muss. Ein weiteres Ergebnis war eine Art Ehrenrettung des Probewürfels. Die

¹⁾ s. W. Gehler, Die Würfel- und Säulenfestigkeit als Grundlage der Materialprüfung (Der Bauingenieur, 1928, Heft 2, 3 & 4).

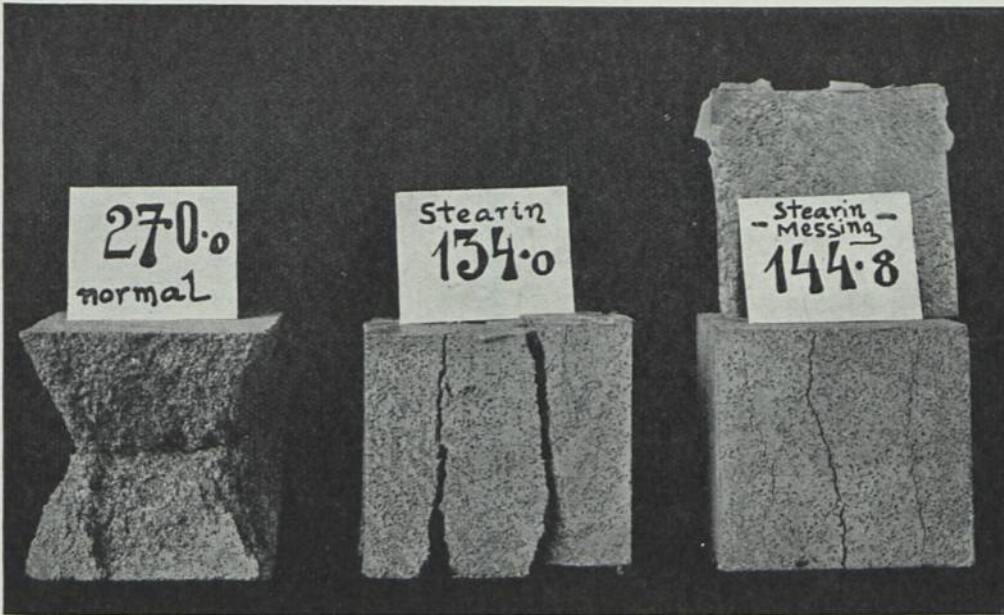


Abb. 13

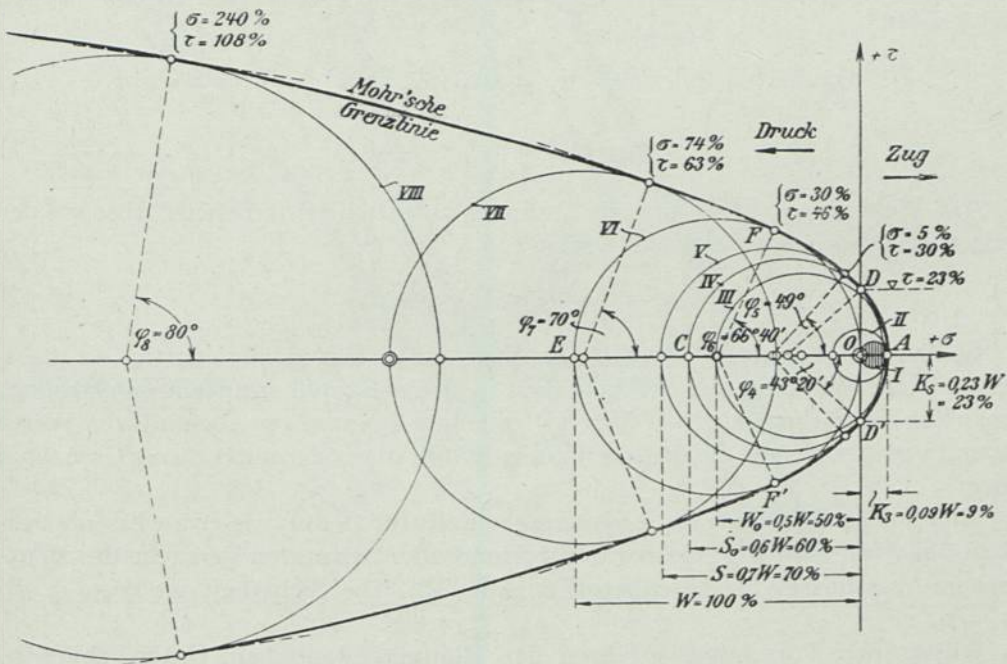


Abb. 14

Würfelfestigkeit W für Beton oder N für Zementmörtel 1 : 3 gibt hiernach zufällig die reine Druckfestigkeit, also den Spannungskreis beim einachsigen Druckversuch ($\sigma_x = N$, $\sigma_y = 0$, $\sigma_z = 0$).

Zum Schluss sei noch auf einen Grundgedanken hingewiesen, der die Grundlage fast aller neuzeitlichen naturwissenschaftlichen Betrachtungen bietet, nämlich auf den Grundsatz der Erhaltung der Energie in der Natur. Unser Bestreben in der Technik muss es sein, Baustoffe zu erzeugen, die bei der Belastung durch äussere Kräfte die Energie aufspeichern und nach der Entlastung möglichst restlos in sogen. umkehrbarer Weise wieder von sich geben. Solche Körper nennen wir vollkommen elastisch. In Wirklichkeit wird dieser Idealzustand niemals voll erreicht, nicht einmal beim Eisen. Auch beim Eisen wird, wie unsere Versuche zeigen, stets ein wenn auch nur sehr kleiner Teil der aufgewendeten Arbeit in Wärme, Elektrizität und Magnetismus umgesetzt, der sich im Weltenraum verflüchtigt und für uns verloren geht. Je grösser diese unwiederbringlichen Verluste an Energie sind, um so rascher muss nach den Auffassungen neuzeitlicher Philosophen, wie des Leipziger Physikers Ostwald, die Erde den Kältetod sterben. Diese energetische Betrachtungsweise durchläuft wie ein roter Faden auch unsere neuzeitliche Elastizitätslehre und drückt sich darin aus, dass wir z.B. für Eisen aus Versuchen eine gewisse Grenzlinie finden können. Diese neue Grenzlinie ergibt sich dadurch, dass für die bekannten bisher durchgeführten Versuche die Spannungen beim Bruch festgestellt und aus ihnen jeweils der Wert der Ladung eines Kubikzentimeters errechnet wird, also die Energie im Augenblick des Bruches. Sie ist nach der Elastizitätslehre

$$A = \frac{1}{2E} (\sigma_x^2 + \sigma_y^2 + \sigma_z^2) - \frac{1}{mE} (\sigma_x \cdot \sigma_y + \sigma_x \cdot \sigma_z + \sigma_y \cdot \sigma_z) + \frac{1}{2G} (\tau_x^2 + \tau_y^2 + \tau_z^2) \quad (1)$$

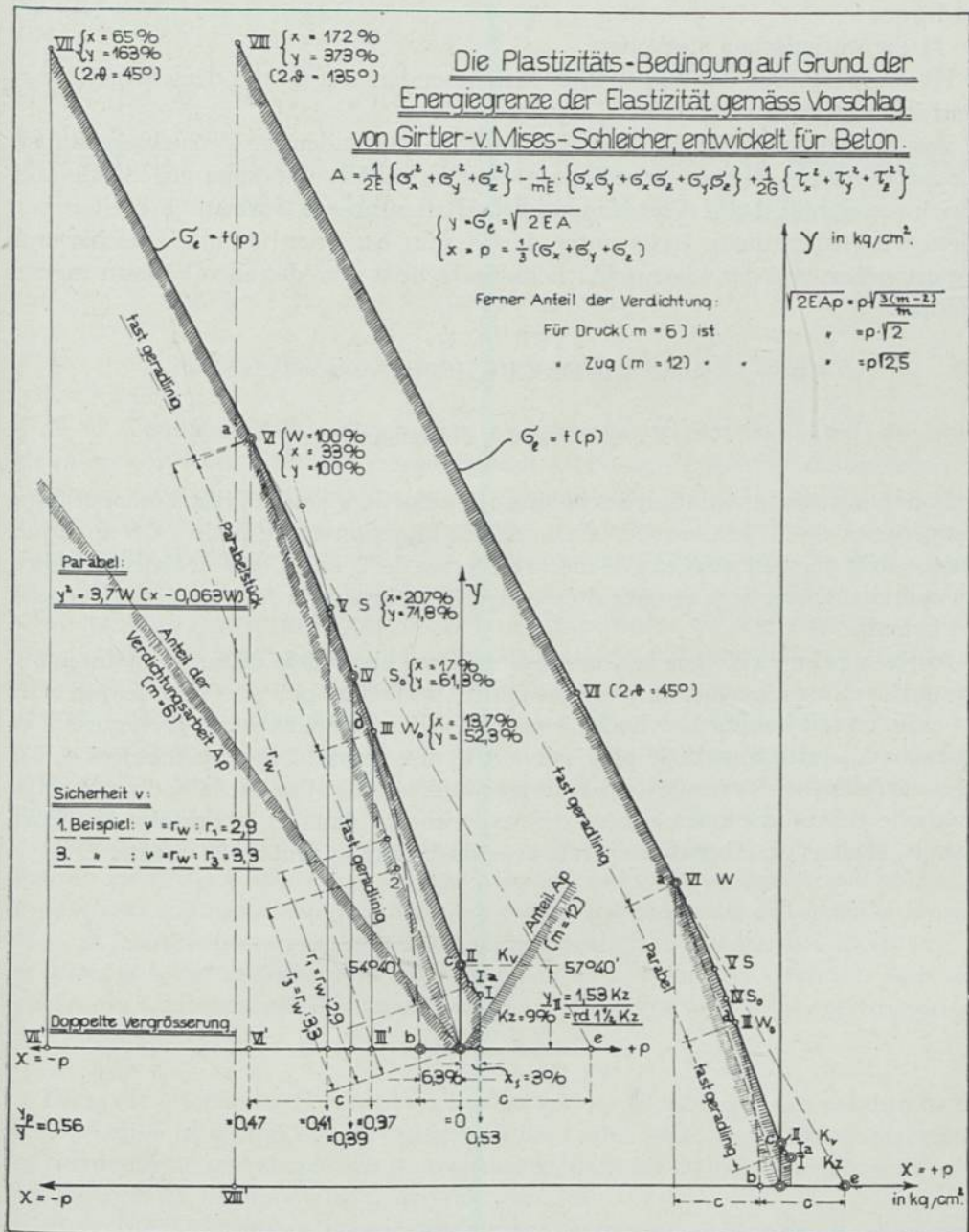
Der Wert $y = \sqrt{2EA}$ wird als Ordinate aufgetragen, ferner als Abscisse der sogen. mittlere hydrostatische Druck

$$x = p = \frac{1}{3} (\sigma_x + \sigma_y + \sigma_z) \quad (2)$$

So habe ich z. B. diese Grenzlinie für Eisen entwickelt (nach v. Girtler, v. Mises, Schleicher). Will man nun die Sicherheit in einem Bauteil ermitteln, so errechnet man für die vorliegenden wirklich auftretenden Spannungen ebenfalls die Werte x und y und stellt fest, ob der so erhaltene Punkt über oder unter dieser Grenzlinie liegt.

Eine solche Grenzlinie habe ich nun ebenfalls für Beton, wie er im Eisenbetonbau üblich ist, ermittelt und zwar auf Grund aller bekannten Versuche des Deutschen Ausschusses für Eisenbeton (s. Abb. 15). Die Sicherheit ist dann z. B. $r = r_w : r_1$.

Ausser den Forschungsverfahren der Röntgenoskopischen Untersuchungen, die in die Stoffe hineinleuchten, sind es zwei Untersuchungsmethoden, die uns



die Hoffnung auf einen stetigen Fortschritt in der Erkenntnis der Materie geben und zwar

- I) die statistischen Methoden
- II) die Verfahren der Elastizitätslehre besonders auf Grund der energetischen Betrachtungsweise.

Voraussetzung hierfür sind aber einwandfreie und eindeutige Versuchsergebnisse die auf durchaus gleicher Grundlage gewonnen werden und daher gleichartig und gleichwertig sind. Diese Vorbedingungen schaffen unsere Normen. Je breiter aber diese wissenschaftliche Basis unter den Kultur-Nationen ist, umso rascher und segensreicher wird der wissenschaftliche Fortschritt sein, der allen Völkern zugute kommt.

DISCUSSION

M. A. POULSEN, Copenhague

Pour constater la variation des volumes des mortiers sous la prise, l'on peut faire l'expérience de M. le Chatelier avec une modification toute petite. On applique dans ce but un petit morceau de métal en forme de T, ce qu'on met dans la fissure du cylindre, avant de le remplir du mortier, et on mesure la distance des deux corps du cylindre, d .

Après la prise on éloigne le T et mesure encore une fois la distance, maintenant d_1 , qui se montra parfois un peu plus petite, parfois un peu plus grande que le d . Et enfin on fait bouillir le cylindre, comme il se fait ordinairement, et on mesure la distance d_2 , qui se montra le plus souvent le plus grand. Les trois mesures d , d_1 , d_2 nous donnent des résultats parfois très intéressants. J'ai fait faire d'après cette méthode depuis quelques années des expériences dans le laboratoire de l'Etat danois, et dans un laboratoire privé, avec des résultats tout satisfaisants.

MÉTHODE PROPOSÉE POUR LES ESSAIS DE RÉSISTANCE DES LIANTS HYDRAULIQUES

par

R. FÉRET

Chef du Laboratoire des Ponts et Chaussées à Boulogne-sur-Mer

A. — Connaissant le poids de liant hydraulique (ciment ou chaux), de sable, de pierres et d'eau mélangés ensemble pour fabriquer un mortier ou un béton, si l'on pèse un volume exactement connu de celui-ci à l'état frais, on déduit facilement du poids trouvé celui d'un mètre cube, puis les poids de chacun des éléments composants. Divisant alors ces poids par les poids spécifiques de chaque matière, on obtient les volumes absolus c (ciment ou chaux), s (sable), p (pierres) et e (eau), contenus dans l'unité de volume du mélange frais. Enfin, on peut calculer le volume v (vides) des intervalles où il reste de l'air emprisonné, volume égal à l'excès de l'unité sur la somme des précédents. Les grandeurs c , s , p , e , v peuvent être appelées les „volumes élémentaires” du mortier ou béton considéré.

De nombreuses recherches m'ont permis de relier les résistances à la compression des mortiers et bétons à leurs volumes élémentaires, et de formuler la loi générale suivante:

Quelles que soient la nature et la composition granulométrique du sable et des pierres, pourvu qu'ils n'exercent aucune action chimique sur le liant; quelles que soient les proportions relatives de liant, de sable, de pierres et d'eau; quels que soient la consistance et le degré de serrage du mélange, la résistance à la compression R de tous les mortiers et bétons possibles faits avec un même liant, conservés et essayés dans des conditions identiques, est liée aux volumes élémentaires par la relation approximative:

$$R = K \left[\frac{c}{1 - (s + p)} \right]^2.$$

Dans cette formule, K est un coefficient qui ne dépend que des conditions de conservation et d'essai et de l'énergie du liant; dès lors, sa grandeur caractérise ce dernier et permet de prévoir les résistances, dans les mêmes conditions, de tous les mortiers et bétons qu'on peut faire avec lui.

En réalité, la formule n'est pas absolument rigoureuse; ¹⁾ néanmoins, elle donne

¹⁾ Diverses autres formules ont été proposées depuis, notamment aux États-Unis, pour calculer la résistance en fonction des quantités de matières entrant dans un volume donné de béton. Elles ne sont pas plus rigoureuses et ont, pour la plupart, l'inconvénient d'exiger, pour chaque série de mortiers ou bétons, la détermination préalable de deux paramètres numériques, rendant les comparaisons difficiles.

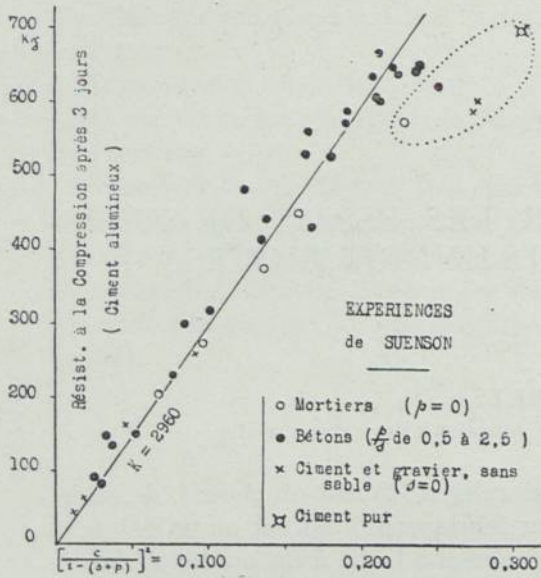


FIG 7

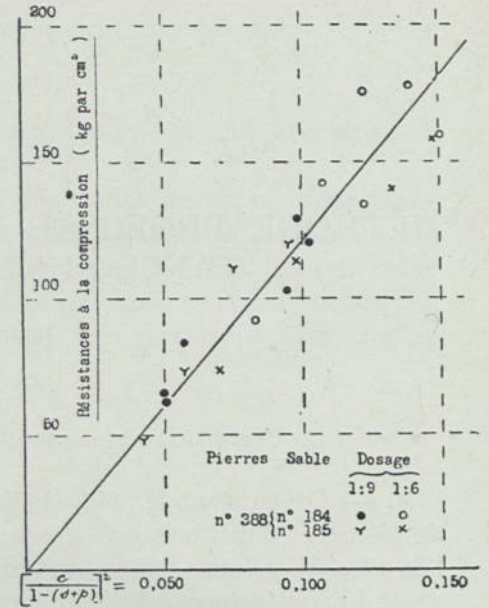


FIG 6

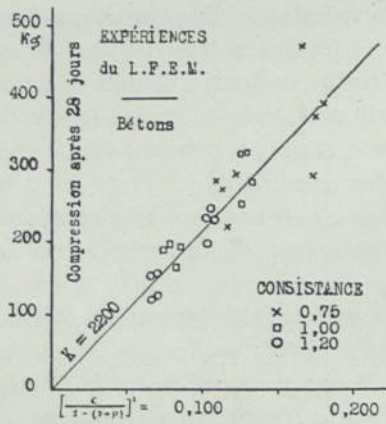


FIG 5

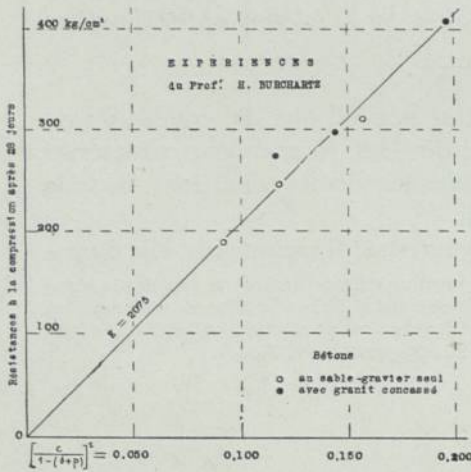


FIG. 8

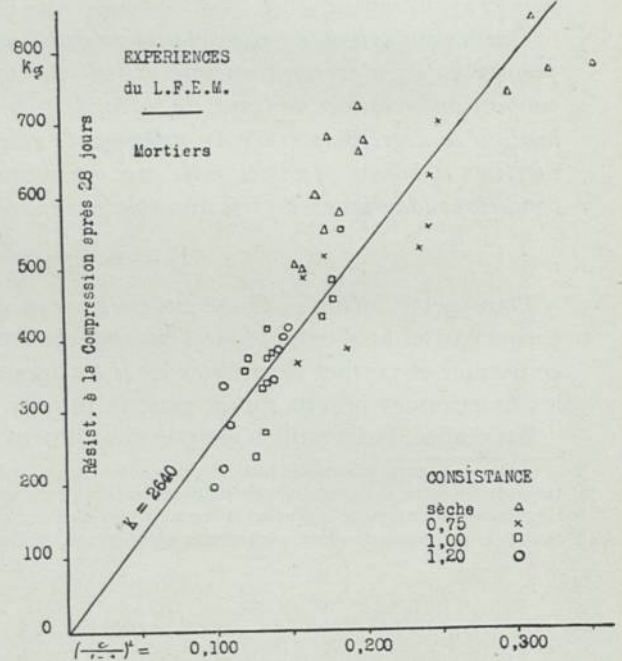


FIG. 4

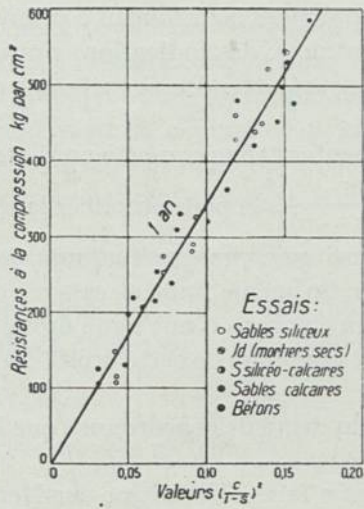


FIG. 1

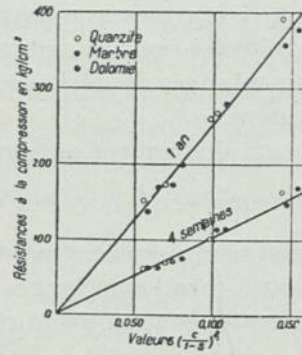


FIG. 2

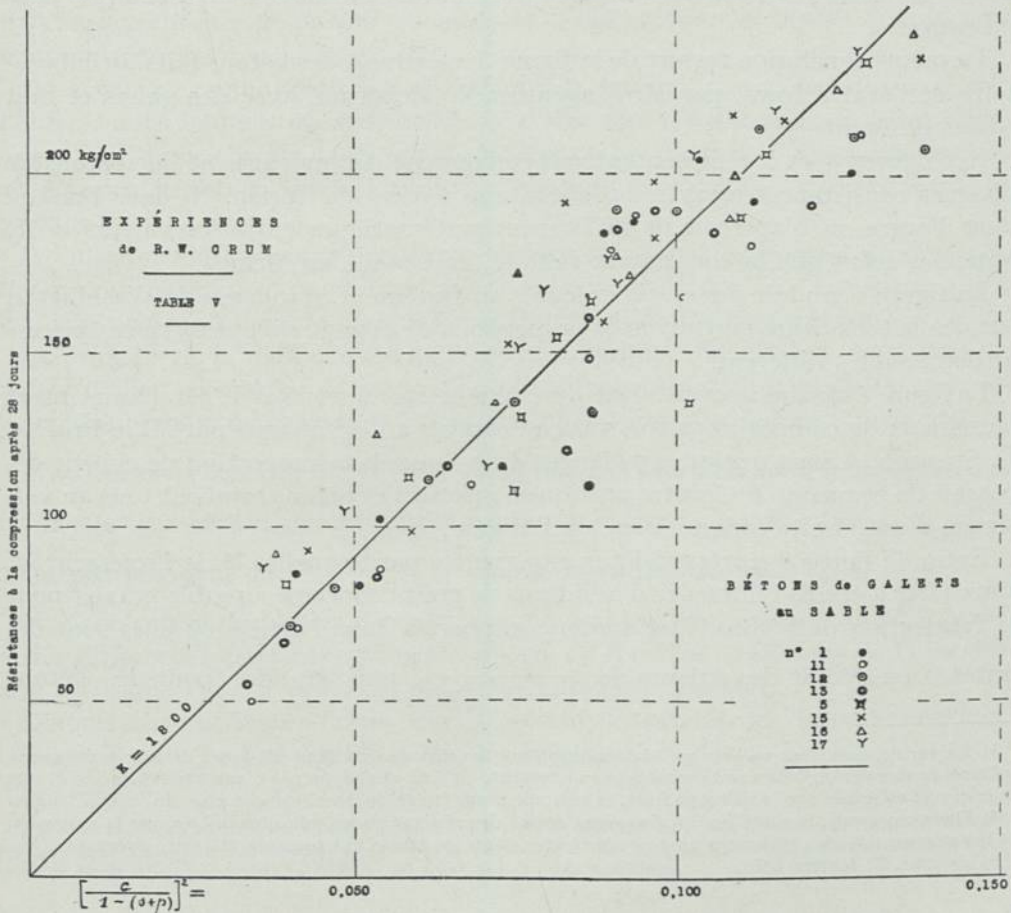


FIG. 3

toujours pour R des valeurs suffisamment approchées pour fournir à priori, d'après les valeurs trouvées pour les volumes élémentaires, des indications pratiques sur les grandeurs relatives des résistances qu'on devra attendre de mélanges de diverses compositions.

On vérifie graphiquement cette loi en représentant chaque mortier ou béton par un point ayant pour abscisse la valeur de $\left[\frac{c}{1 - (s + p)} \right]^2$ et pour ordonnée la résistance trouvée expérimentalement. On constate ainsi que, presque toujours, les points correspondant à tous les mélanges faits avec un même liant et essayés dans des conditions identiques se trouvent répartis aux environs d'une ligne droite passant par l'origine des coordonnées ¹⁾. Le coefficient angulaire de cette droite donne alors une mesure moyenne du coefficient K.

Les figures 1 à 8 fournissent des exemples du degré de concordance que l'on peut obtenir.

Les figures 1 et 2 correspondent à des essais faits à Boulogne-sur-Mer sur des mortiers de diverses richesses où entraient différents sables, distingués par des points de formes différentes. On voit que la nature du sable a été à peu près sans influence.

La même conclusion ressort de la figure 3, relative à des bétons faits au laboratoire de l'état d'Iowa, par M. l'Ingénieur R. W. Crum, avec des galets et huit sables différents ²⁾.

Les figures 4 et 5 représentent respectivement des mortiers et des bétons de diverses consistances essayés au laboratoire fédéral de Zürich. Ni dans l'une ni dans l'autre on n'aperçoit de différences systématiques entre les valeurs de K obtenues selon que la consistance initiale était molle ou sèche.

La figure 6 traduit des essais exécutés au Bureau of Standards de Washington sur des bétons contenant diverses proportions de ciment avec des grosses pierres et deux sables différents.

La figure 7 montre les résistances après 3 jours de mortiers et de bétons au ciment alumineux de compositions très variées, essayés à Copenhague par M. le Prof. E. Suenson. A part quelques mélanges dans lesquels la proportion de ciment dépassait de beaucoup les limites pratiques, mortiers et bétons tombent tous au voisinage d'une droite unique, issue de l'origine.

Enfin, la figure 8 correspond aux expériences par lesquelles M. le Professeur H. Burchartz a étudié l'influence d'additions de granit concassé au sable-gravier pour la fabrication de bétons. Des nombres rapportés dans l'article où elles sont décrites ³⁾ on déduit des valeurs de $\left[\frac{c}{1 - (s + p)} \right]^2$ plus grandes pour les bétons

¹⁾ La vérification n'est valable qu'à la condition que les expériences aient été faites de telle sorte que le volume du mortier ou béton soit connu très exactement, qu'il ne s'échappe pas d'eau avant la pesée et que celle-ci soit effectuée sur le mélange frais, et non après une durée de durcissement plus ou moins longue.

²⁾ Dans ces essais, le sable no. 11 a souvent donné des résistances un peu plus faibles que la moyenne, et le sable no. 17 des résistances un peu plus fortes. Mais les écarts ont toujours été peu importants.

³⁾ Zement, 25 février 1926.

contenant les gros morceaux de granit, ce qui explique la supériorité des résistances atteintes. La figure conduit pour K à la valeur moyenne 2075, caractéristique du ciment employé et des conditions des essais. Si, à la suite d'un essai préliminaire, ce coefficient avait été connu lors du gâchage, on en aurait déduit aussitôt, pour les résistances futures, des nombres à peine différents (sauf le dernier) des résistances moyennes trouvées réellement au bout de 28 jours. (Voir le tableau ci-après.)

Volumes ajoutés	$\left\{ \begin{array}{l} \text{Sable-gravier} \\ \text{Granit concassé} \end{array} \right.$	4	5	6	3	$3\frac{1}{2}$	4
à un volume I de ciment		0	0	0	$1\frac{1}{2}$	$1\frac{3}{4}$	2
Valeurs de $2075 \times \left[\frac{c}{1-(s+p)} \right]^2$		326	245	191	406	298	240
Résistances trouvées réellement		311	246	189	409	298	274

B. — Jusqu'à présent, les essais normaux de résistance adoptés dans les divers pays ont eu pour but de déceler les différences de qualité des liants hydrauliques, mais sans permettre de prévoir les résistances des mortiers et bétons que chacun peut fournir.

On a vu par ce qui précède quel intérêt il y aurait à remplacer ces essais par d'autres, dans lesquels on mesurerait, non plus une résistance normale, mais la valeur de K pour chaque liant essayé, puisque cette valeur de K rendrait possible cette prévision par le simple calcul des volumes élémentaires aussitôt après le gâchage ¹⁾.

La question a été envisagée jadis par une commission d'ingénieurs scandinaves, puis reprise récemment par l'Association Suisse pour l'Essai des Matériaux, qui a fait déjà un grand nombre d'expériences en vue de la mettre au point.

Le principe de la méthode est extrêmement simple: il consiste à faire, avec le ciment donné, un mortier de composition pondérale bien définie, peser un volume exactement connu de ce mortier à l'état frais, en déduire les volumes élémentaires et la valeur de la fonction $\left[\frac{c}{1-(s+p)} \right]^2$ et mesurer la résistance à la compression du mortier conservé dans des conditions normalisées. Le quotient de cette résistance par la valeur de $\left[\frac{c}{1-(s+p)} \right]^2$ donne la valeur cherchée de K.

Mais, en raison des écarts d'expérience inévitables, d'où peuvent résulter pour K des différences assez marquées, il importe de fixer les conditions de l'essai de telle sorte que l'erreur probable soit aussi faible que possible.

D'après les expériences faites jusqu'à présent, les principales recommandations à observer dans ce but semblent être les suivantes:

¹⁾ J'ai indiqué les valeurs de K correspondant à un grand nombre de liants de diverses natures, essayés dans diverses conditions de milieu et de durée, aux pages 502 à 513 de mon „Etude expérimentale du Ciment armé”; Paris, librairie Gauthier-Villars, 55 quai des Grands-Augustins.

1°. Exclure certains sables qui donnent parfois des résistances s'écartant un peu de la formule;

2°. Eviter les sables à grains uniformes et faire en sorte, notamment, que le mélange choisi contienne une proportion d'éléments très fins suffisante pour empêcher qu'une partie de l'eau s'échappe pendant le moulage;

3°. Adopter une consistance plastique un peu ferme, qui ne soit ni trop sèche, ni trop molle;

4°. Définir les moules et le mode de remplissage de telle sorte qu'il ne puisse s'échapper d'eau pendant le moulage et que les écarts sur le volume de mortier introduit soient réduits au minimum.

De nouvelles recherches seraient nécessaires pour achever de préciser les conditions d'essai à adopter ¹⁾.

C. — Bien que les résistances à la compression soient celles qui traduisent le mieux la dureté réelle des mortiers, certaines spécifications normales imposent encore des essais par traction, qui, d'ailleurs, renseignent sur une autre qualité de la matière. De nombreux essais ont montré, en effet, que, pour des mortiers de diverses compositions, il n'y a aucune relation fixe entre les résistances à la traction et à la compression.

Par contre, conformément à ce que la théorie permet de prévoir, on constate que les essais de flexion et ceux de traction conduisent, pour chaque matière, à des nombres proportionnels entre eux, de sorte qu'on peut remplacer les uns par les autres.

Or, dans la plupart des ouvrages de la pratique, il se produit plus souvent des efforts de flexion que de traction proprement dite. En outre, les essais de flexion sont d'une exécution plus facile et donnent lieu à des écarts moindres que ceux de traction. Ils sont exécutés au moyen de prismes, qui ont, sur les briquettes de traction, l'avantage d'être très simples, faciles à définir, à vérifier, à remplir et à démouler. La forme prismatique peut être aisément obtenue, non seulement par moulage, mais aussi en taillant ou usant des matières solides, ce qui permet de faire subir les mêmes essais d'une part aux mortiers moulés spécialement et d'autre part à des mortiers déjà durcis, prélevés dans d'anciennes maçonneries, à des pierres naturelles ou artificielles, etc., en un mot à tous les matériaux possibles. En même temps, cette forme est celle qui convient le mieux à l'exécution des divers autres genres d'essais (retrait, dilatation hygrométrique et thermique, compacité, porosité, élasticité, adhérence, etc.) qu'on peut se proposer de faire subir aux mortiers et bétons. Enfin, après rupture d'un prisme par flexion, ses moitiés peuvent être écrasées, placées en croix entre deux bandes d'acier parallèles, de même largeur, et les résistances à la compression ainsi déterminées sont les mêmes, malgré la pré-

¹⁾ Une importante série de recherches est poursuivie actuellement aux États-Unis en vue de l'adoption d'un essai normal de compression sur pâtes fluides de ciment pur. Si cette méthode donne finalement des résultats satisfaisants et se prête à la détermination exacte du poids de ciment contenu dans un volume connu de pâte moulée, peut-être fournirait-elle une solution du problème. Du moins elle aurait l'avantage d'éliminer la question du sable normal.

sence des bouts de prisme débordants, que celles qu'on aurait obtenues avec des cubes ayant pour côté la largeur du prisme.

Pour ces diverses raisons, il importerait d'employer, pour les essais normaux destinés à fixer la valeur de K , des éprouvettes prismatiques, qui seraient rompues d'abord par flexion, puis par compression, et se prêteraient en outre à toutes sortes d'autres essais.

C'est ainsi que, depuis plus de trente ans, je me sers de prismes à base carrée de $4 \times 4 \times 16$ cm., permettant, sans produire un encombrement excessif, l'expérimentation de sables de toutes grosseurs, voire même de petits graviers.

En outre, pour éviter, dans l'essai de flexion, la production des efforts tranchants ainsi que des actions parasites importantes qui se développent dans le prisme à partir des lignes de contact des

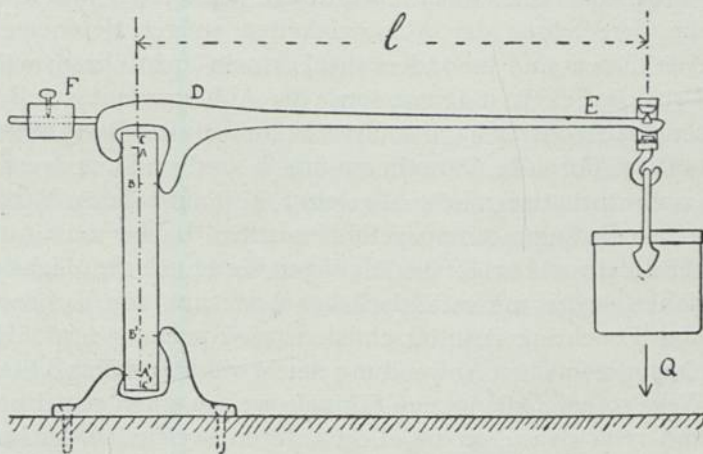


FIG. 9

couteaux et peuvent fausser les résultats, j'opère sous moment fléchissant constant au moyen du dispositif à contacts arrondis représenté par la figure 9 ci-dessus, déjà décrit dans diverses publications antérieures¹⁾, d'un maniement simple et commode, qui donne toute satisfaction et permet en outre l'exécution d'essais d'adhérence.

D. — En résumé, j'estime qu'il y a lieu de substituer aux essais normaux actuels de résistance, la mesure, par les moyens indiqués ci-dessus, du coefficient K qui caractérise l'énergie de chaque liant dans des conditions normales de conservation bien définies et permet d'en déduire les résistances à la compression de tous les mortiers et bétons qu'il peut fournir.²⁾

Il serait désirable que de nouvelles recherches fussent poursuivies parallèlement dans divers laboratoires, en vue de mettre au point une méthode uniforme permettant cette détermination.

¹⁾ Voir notamment aux pages 577 à 592 de mon „*Étude expérimentale du ciment armé*”, déjà citée.

²⁾ Il est bien entendu que les résistances ainsi calculées correspondent aux mêmes conditions de conservation. Sur les chantiers, ces conditions sont variables et n'obéissent à aucune loi, et il serait illusoire de chercher à prévoir les résistances d'une manière très précise.

DISKUSSION

Dr. Ing. KALLAUNER, Brünn

Ich erlaube mich, hiermit meine Ansichten über den Wert, nicht nur der Feret'schen Formel, sondern auch anderer ähnlicher Formeln für die Betonpraxis mitzuteilen.

Wie Ihnen bekannt ist, wurden in den letzten Jahren verschiedene Formeln für die Berechnung der Abhängigkeiten einiger Betoneigenschaften veröffentlicht. Aus diesen sind besonders die Formeln anzuführen, welche zur Berechnung der Druckfestigkeitssteigerung, sowie der Abhängigkeit der Betonsfestigkeit vom Wassergehalte oder vom absoluten Volumen aller Bestandteile, dienen sollen.

Diese Formeln sind rein empirisch, und sind aus den Ergebnissen verschiedener Laboratoriumsversuche abgeleitet, also aus solchen Versuchen, welche unter denselben Bedingungen ausgeführt wurden. Leider muss man aber in der Praxis mit verschiedenen Arbeitsbedingungen verschiedener Mächtigkeit der Betonkonstruktionen, weiter mit veränderlicher Witterung und damit verknüpften Temperatur- und Feuchtigkeitsunterschieden, und noch anderen Faktoren rechnen, welche einer allgemeinen Anwendung der erwähnten Formel für praktischen Betonbau im Wege stehen. Alle jetzige Formeln weisen einen gemeinsamen grossen Mangel auf, und zwar den, dass sie alle Faktoren, welche in der Praxis vorkommen können, nicht berücksichtigen, und manche auch gar nicht berücksichtigen können, und zwar aus dem einfachen Grunde, weil diese unbekannt sind, wie z. B. die Witterungsverhältnisse.

Ich werde jetzt versuchen, vom chemisch-physikalischen Standpunkte auf wichtige Faktoren hinzuweisen, welche der allgemeinen Anwendung der obenerwähnten Formeln in der Praxis im Wege stehen.

Beton gehört zu den heterogenen Systemen. Die Reaktionen in solchen Systemen sind sehr kompliziert, Abgesehen von der chemischen Energie der einzelnen Bestandteile, hängt der Reaktionsverlauf von der Grösse, dem Zustande der Grenzflächen, von den Konzentrationsverhältnissen, den Diffusionserscheinungen etc. ab.

Wie bekannt, ist die chemische Energie verschiedener Zementmarken gewöhnlich verschieden. Ähnlich ist es in der Praxis mit dem Zustande der Grenzflächen und mit der Dislozierung der Bestandteile. Die Konzentrationsverhältnisse richten sich nach den Lösungs- und Hydratationserscheinungen einzelner Bestandteile, und nach den danach verlaufenden chemischen Reaktionen, und sind in hohem Masse von der Wassermenge abhängig. Auf die Diffusionserscheinungen übt eine bestimmte Wirkung die Feinheit von Zementteilchen und die Wasserkonzentration aus. Weil die Zementfeinheit sowie die Wassermenge in der Praxis variiert, muss man mit den Unterschieden in verschiedenen Eigenschaften rechnen. Grosse Wirkung übt auf den Reaktionsverlauf die Temperatur aus. In der Betonpraxis muss man mit zwei Sorten von Temperaturen rechnen, und zwar mit der inneren und mit

der oberflächlichen Temperatur. Die innere Temperatur hängt hauptsächlich von der Temperatur der Bestandteile, der Reaktionstemperatur für Hydratationsprozesse, der Mächtigkeit der Konstruktion, die oberflächliche Temperatur hauptsächlich von der Witterung, der Isolierfähigkeit der Schalung etc. ab. Weil hier alle mögliche Variationen vorkommen können, bringen dieselbe unbedingt eine bestimmte Verschiedenheit des Erhärtungsverlaufes mit sich. Man könnte noch andere Beweise zur Kräftigung meiner Ansichten bringen, dass der Verwendung der erwähnten Formeln in der Praxis verschiedene Umstände in dem Wege stehen.

Oberbaurat Ing. SPINDEL, Innsbruck.

Die Dichtigkeit und Festigkeit eines Betons lassen sich nur dann richtig vorausbestimmen, wenn die Anteile an Zement, Zuschlagsstoffen (Sand + Kies), Wasser und Luft, im m³ frisch bereiteten Beton u. s. w. dem *Volumen* nach bestimmt werden. Diese 4 Stoffe lassen sich am deutlichsten im Vierstoffparallelogramm nach Spindel ersichtlich machen, wie es in ähnlicher Weise für die 4 Hauptstoffe der Zemente des näheren veröffentlicht ist ¹⁾. Im Beton Parallelogramm laut Abb. 10 bedeuten für den m³ frisch hergestellten Beton.

- AB absol. Vol. an Kies oder Schotter k
- BC „ „ „ Sand s
- AC „ „ „ Zuschlagsstoffen s + k
- CD „ „ „ Zement c
- HF „ „ „ des Wassers w
- FG „ „ „ der Luft l

Auf der Linie HM können sämtliche Mischungsverhältnisse zwischen Zement und Zuschlagsstoffen durch die AQ, AQ' u. s. w. dargestellt werden.

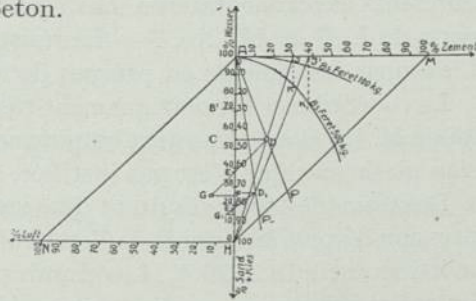


ABB. 10. Darstellung der Zusammensetzung und Druckfestigkeit von Mörtel und Beton im Vierstoffparallelogramm nach Spindel

Die Druckfestigkeit nach Féret ist nun:

$$Bd = K \left(\frac{c}{1 - s - k} \right)^2 = K \left(\frac{CD}{1 - AC} \right)^2 = K \left(\frac{CD}{CH} \right)^2 = K \left(\frac{AI}{AH} \right)^2 = K AI^2$$

Man kann die Werte $AI^2 = IK, I'K'$ u. s. w. als Ordinaten zu der Abszissenachse AM auftragen. (Bd Linie). Man trägt da am besten die Werte Bd für eine Zementnormenfestigkeit von 100 kg/cm² auf, so dass beispielsweise für eine Zementnormenfestigkeit von 600 kg. die Bd Linie den 6 fachen Wert hat.

In dieser Darstellung bedeuten die Linien HI, HI', *Linien gleicher Druckfestigkeit* nach Féret.

In dem gleichen Parallelogramme können auf einer Linie die Werte für $\frac{c}{w + 1} = \frac{c}{W}$ und $\frac{w + l}{c} = \frac{W}{c}$ eindeutig ersichtlich gemacht werden, und wie-

¹⁾ Vergl. Spindel Tonindustriezeitung 1926, 1927 und 1928.

derum Bd als Funktion von $\frac{c}{w+1}$, $\frac{c}{W}$, $\frac{w+1}{c}$, $\frac{W}{c}$ nach Talbot, Abrams, Graf, E.T.H. u.s.w. aufgetragen werden, woraus die Zusammenhänge zwischen den einzelnen Formeln und deren Geltungsbereich klar ersichtlich werden. Diese Darstellung kann im Rahmen der Diskussion nicht gebracht werden. Es soll aber darauf hingewiesen werden, dass die Formel nach Féret, in der auch der Gehalt an Luft-Poren, also auch die Stamfarbeit, berücksichtigt ist, die zuverlässigste ist, während die anderen Formeln, die nur mit Zementwasser- bzw. Wassermortel arbeiten, nur für Gussbeton entsprechen können. Eine ausführliche Besprechung dieser Verhältnisse wird in der Zeitschrift „Beton und Eisen“ erfolgen.

(Vgl. Spindel in „Beton und Eisen“ Jg. 1928 Heft 1, wo die vorstehenden Zusammenhänge in den Abb. 4 bis 8 ersichtlich gemacht sind.)

Prof. M. Roš, Zürich

„Nous avons appliqué au Laboratoire fédéral d'Essai des Matériaux (L. F. E. M.) la théorie de M. Féret à un nombre très important d'essais (15.000) exécutés par différents expérimentateurs. Les résultats de ces essais sont publiés dans les rapports du L. F. E. M., No. 7 — La résistance des mortiers et bétons — et No. 10 — L'examen des ciments en prismes de mortier plastique.

La concordance est pratiquement très bonne. On ne doit pas perdre de vue que la loi de M. Féret est purement empirique; par conséquent, une attribution de précision mathématique n'est pas justifiée.

Des essais de Zurich résultent des écarts, entre les résistances théoriques à la compression d'après la formule de Féret et les résultats d'essais à l'écrasement, pour les mortiers entre 15 et 20 %. Les grands prismes en béton sont moins homogènes que les petits prismes en mortier (cela résulte aussi des observations des déformations élastiques locales). Des écarts d'ordre pareil sont inévitables et s'expliquent sans autre par les variations de la qualité du ciment même, de la composition granulométrique du sable et du gravier, de la quantité d'eau de gâchage (consistance), du degré de serrage (tassement), du mélange et de la température. Même les essais normaux des ciments, soit sur mortiers secs damés, soit sur mortiers plastiques, effectués dans différents laboratoires, montrent des écarts moyens jusqu'à $\pm 10\%$. De la formule de Féret résultent des chiffres de résistance qui s'appliquent mieux aux résultats d'expérience que d'après d'autres formules.

Dans le rapport du L. F. E. M. No. 7, j'ai exposé de quelle manière on doit procéder pratiquement pour déterminer la résistance à la compression des mortiers et bétons et le module d'élasticité en appliquant la méthode de Féret, soit:

1°. Recherches sur la meilleure composition granulométrique du sable (mortiers) ou du sable-gravier (bétons) et sur la valeur de compacité du mélange (sable, gravier, ciment).

2°. Détermination de la valeur du coefficient K_m pour le mortier 1 : 3 et 1 : 6 en consistance plastique, préparés avec du sable de chantier d'après la formule

$$K_m = \frac{m \beta_d}{\left(\frac{c}{1-s}\right)^2}$$

se basant sur les essais.

3°. Détermination de la résistance à la compression du béton (cubes) $b \beta_d$, en introduisant le coefficient K_m , trouvé sous II dans la formule de Féret

$$b \beta_d = K_m \cdot \left(\frac{c}{1-s}\right)^2$$

En tenant compte de l'hétérogénéité inévitable des bétons et de l'influence de la variation des facteurs mentionnés ci-dessus, on obtient pratiquement une très bonne concordance entre les valeurs théoriques et les chiffres d'essais, en remplaçant le

coefficient K_m par $\frac{1}{1,15} K_m = 0,87 K_m = K_b$, de sorte que finalement la résistance du béton comporte

$$b \beta_d = K_m \left(\frac{c}{1-s}\right)^2 \cdot 0,87$$

Les écarts peuvent atteindre ± 20 à 25 %. Une vérification par des essais à l'écrasement est indispensable.

La résistance à la compression pour les prismes $pr \beta_d$ égale à $0,85$ de la résistance à la compression pour les cubes $b \beta_d$

$$pr \beta_d \cong 0,85 b \beta_d$$

4°. Recherches sur l'élasticité des mortiers et bétons. D'après les essais du L. F. E. M. les modules d'élasticité, en fonction de la résistance $pr \beta_d$, comportent pour les mortiers:

$$E_{e1} = 600 \frac{pr \beta_d}{pr \beta_d + 300}$$

pour les bétons:

$$E_{e1} = 550 \frac{pr \beta_d}{pr \beta_d + 150}$$

Donc, il suffit de connaître la résistance à la compression sur prismes $pr \beta_d$, pour se rendre compte du module d'élasticité E_{e1} et en connaissant le module d'élasticité E_{e1} résultant des mesures des déformations élastiques sur un ouvrage exécuté, on peut évaluer la résistance moyenne du béton.

5. Recherches sur l'influence du durcissement en exprimant la résistance en fonction du temps:

$${}_T \beta_b = 28 K_b \cdot \left(\frac{c}{1-s} \right)^2 \cdot \frac{a \cdot T^{2/3}}{b + T^{2/3}}$$

T étant l'âge du béton correspondant au temps T pour lequel on veut déterminer ${}_T \beta_b$, a et b des coefficients variant entre a = 1,40 — 1,50 et b = 3,69 — 4,61

L'importance principale des essais normaux des liants hydrauliques en prismes de mortier plastique se documente dans la justification de pouvoir appliquer, d'une manière simple et sûre, les résultats des essais du laboratoire aux faits du chantier.

La méthode de Féret est générale, simple et se base sur des expériences scientifiques. La solution, touchant toutes les questions concernant la résistance et l'élasticité à la compression des mortiers et bétons, donnée par la formule de Féret, est claire et pratiquement exacte. Il est justifié de rendre la méthode de Féret, d'une manière simple, appuyée par des graphiques, facilement applicable aussi aux chantiers (voir annexe au rapport No. 7 du L. F. E. M.).

Tout le domaine de la puissante industrie des ciments est inspiré par une seule idée, qui est digne de servir dans les questions des examens de ciments, de mortiers et de bétons comme base pour une entente internationale".

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES BÉTONS

par

G. MAGNEL

Chargé de cours à l'Université de Gand, Directeur du Laboratoire de Béton armé

I. INFLUENCE DU CHLORURE DE CALCIUM SUR LE BÉTON AU CIMENT DE LAITIER

On sait depuis longtemps que l'incorporation d'une certaine quantité de CaCl_2 dans l'eau de gâchage d'un béton (5% du poids d'eau par exemple) accélère le durcissement du béton et augmente la résistance finale.

A notre connaissance cet essai n'a jamais été fait qu'avec des ciments Portlands Artificiels à prise lente.

Nous croyons utile de signaler les expériences suivantes qui montrent qu'en cas d'emploi de ciment de laitier, l'addition de CaCl_2 produit un ralentissement de durcissement et une diminution des résistances finales. Nous visons ici les ciments de laitier fabriqués par mélange à froid de laitier granulé broyé et de chaux hydratée.

Nous avons confectionné un béton composé de:

800 l. de gravier du Rhin 5—25
400 l. de sable du Rhin
350 Kg. de ciment.

Nous avons fabriqué ce béton dans deux états de fluidité:

I fluidité de 1,1; Slump de 1,5 cm.; C/E = 1,59 (en poids)
II „ „ 1,5 „ „ 4,5 „ C/E = 1,51 (en poids).

Chacun de ces deux bétons a été fait avec 4 sortes de ciment

Ciment Portland A
„ „ B
„ „ C
„ de laitier D.

Enfin chacun de ces 8 bétons a été fait, une fois avec de l'eau potable ordinaire et une fois avec une solution d'eau contenant 5% de CaCl_2 en poids.

Le tableau suivant donne les résultats obtenus en Kg./cm² sur cubes de 20 cm. de côté conservés dans une atmosphère humide.

I. Béton très sec.

	sans CaCl ₂			Avec CaCl ₂		
	3 j.	7 j.	28 j.	3 j.	7 j.	28 j.
Ciment A	94	172	261	161	225	333
„ B	138	224	319	198	282	395
„ C	96	162	223	143	195	278
„ D	94	148	208	47	101	199

II. Béton plus humide

	sans CaCl ₂			Avec CaCl ₂		
	3 j.	7 j.	28 j.	3 j.	7 j.	28 j.
Ciment A	75	146	238	126	183	273
„ B	98	158	235	114	171	260
„ C	78	121	178	80	112	189
„ D	69	112	183	23	70	129

Nous déduisons de ce tableau le suivant qui donne en % les augmentations (+) et les diminutions (—) de résistances provoquées par le CaCl₂.

I. Béton très sec.

Variation en % de la résistance par l'addition de CaCl ₂			
	3 j.	7 j.	28 j.
Ciment A	+ 71	+ 31	+ 28
„ B	+ 43	+ 26	+ 24
„ C	+ 49	+ 20	+ 25
„ D	— 50	— 32	— 3

II. Béton plus humide.

	3 j.	7 j.	28 j.
Ciment A	+ 68	+ 25	+ 15
„ B	+ 16	+ 8	+ 11
„ C	+ 3	+ 7	+ 6
„ D	— 67	— 37	— 30

La conclusion est qu'il est dangereux de vouloir se servir de CaCl₂ dans le but de pouvoir bétonner quand il gèle, là où on met en oeuvre du ciment de laitier.

II. CERTAINS ÉCARTS PAR RAPPORT À LA LOI D'ABRAMS

D'après la loi d'Abrams, confirmée par de nombreux expérimentateurs, la résistance d'un béton travaillable, fait avec un ciment donné, mesurée à un âge donné, sur cubes tous conservés dans des conditions identiques, ne dépend que du Water-ratio ou de son inverse. En fait :

$$R = \frac{A}{B^{1,5} \cdot \frac{C}{E}}$$

A et B étant des constantes ;

C étant le poids de ciment en Kg. ;

E étant le volume d'eau en litres.

Bolomey transforme cette loi en une loi linéaire qui la suit de très près et s'exprime par

$$R = K \left(\frac{C}{E} - 0,50 \right)$$

Cette expression a le défaut de ne contenir qu'un paramètre et doit devenir d'après nous

$$R = K \left(\frac{C}{E} - K_1 \right)$$

Sous cette forme elle est pratiquement équivalente à celle d'Abrams.

Ayant voulu faire la vérification personnelle de cette loi nous avons trouvé qu'elle se vérifie très bien tant qu'on ne change pas radicalement la nature des matériaux inertes mis en oeuvre : pour une même nature de matière inerte les écarts par rapport à la loi rectiligne moyenne ne dépassent pas 10%.

Par contre nous trouvons que les coefficients A et B d'Abrams, ou K et K_1 de Bolomey, ne sont pas les mêmes pour les matériaux de rivière et pour les matériaux concassés.

Nous croyons utile de signaler ce fait que d'autres chercheurs peuvent peut être mettre en regard de leurs propres constatations. D'ailleurs dans le Heft XXXI des Forschungsarbeiten auf dem Gebiete des Eisenbetons on demande explicitement aux expérimentateurs de bien vouloir signaler les anomalies constatées dès qu'elles sont systématiques.

Les formules ci-après donnent les deux lois obtenues avec un ciment Portland Artificiel de toute première qualité.

L'une des lois est relative à des bétons fabriqués avec du sable du Rhin et du gravier 5—25, l'autre à des bétons fabriqués avec des plaquettes de porphyre 5—15 et du poussier de porphyre 0—2.

Chacune des 2 séries de bétons comprend 24 bétons différents qui diffèrent largement entre eux, tant par le dosage en ciment que par la composition granulométrique des matières inertes. Tous ces bétons ont quasi la même fluidité de 1,5 environ pour ceux au gravier du Rhin et 1,3 pour ceux aux matières concassées. Les

résistances mesurées sont relatives à 28 jours sur cubes de 20 cm. de coté conservés à l'air dans un local non chauffé.

La loi pour le béton au sable et gravier du Rhin est

$$R = 347 \left(\frac{C}{E} - 0,87 \right)$$

La loi pour le béton au porphyre est par contre

$$R = 260 \left(\frac{C}{E} - 0,45 \right)$$

Nous ignorons la cause de cette différence profonde entre les deux droites. Est-ce la loi d'Abrams qui est en défaut ou est-ce que le porphyre mis en oeuvre n'est pas inerte et agit-il comme pouzzolane, en fixant la chaux libre qui se forme par la prise du ciment.

En conclusion il y a là un point à éclaircir. Nous saisissons cette occasion pour faire ressortir combien il est regrettable que tous ceux qui étudient les bétons n'opèrent pas de la même façon et n'expriment pas de la même manière les résultats obtenus.

Nous suggérons qu'on mette à l'étude la standardisation des recherches sur le béton et notamment celle des dimensions des tamis dont on doit se servir dans les analyses granulométriques, celle de la mesure de la fluidité, du mode de conservation des éprouvettes, de leur forme, etc. Ce n'est qu'à cette condition que les résultats nombreux recueillis dans le monde entier pourront servir à chacun et coopérer à élucider le problème si important que pose le dosage rationnel des bétons.

III. LA RÉSISTANCE AU CHOC DES BÉTONS

On a beaucoup étudié dans les dernières années l'influence de divers facteurs sur la résistance à la compression des bétons. Bien peu d'essais ont été faits à notre connaissance sur la résistance au choc. Cette question a cependant acquis une importance capitale depuis qu'on fait des revêtements pour routes en béton; d'ailleurs dans le battage des pilots c'est surtout la résistance au choc du béton qui est mise à l'épreuve.

Certaines expériences que nous avons eu l'occasion de faire prouvent que les facteurs qui influent favorablement sur la résistance, ont parfois une influence inverse sur la résistance au choc et nous nous permettons de suggérer qu'on mette cette question à l'étude.

Voici quelques résultats expérimentaux. La base de la mesure de la résistance au choc est la hauteur de chute d'un poids de 5 Kg. qui provoque la rupture de blocs mesurant 30 × 30 × 8 cm. posés dans un lit de sable et recevant au milieu le choc de ce poids, tombant verticalement. On commence par une chute de 10 cm. de hauteur, on passe à 20, 30, etc. et on note la hauteur provoquant la fissuration du béton.

¹⁾ Pour plus de détails sur ces essais, voir „La Technique des Travaux, nos. 8 et 10 de 1927.

Le tableau suivant résume les essais :

No. du Béton	Gravier du Rhin	Sable du Rhin	Plaquettes de Quenast	Poussier de quenast	Ciment no. 1	Ciment no. 2	Ciment no. 3	Ciment no. 4	CaCl ₂	Slump	Résistance à la compression	Résistance au choc.
1			800	400	350					1	261	110
2			800	400	350					5	238	120
3			800	400		350				5	235	115
4	800	400			350					1	390	70
5	800	400			350				5%	1	390	85
6	800	400			350					5	265	100
7	800	400			350				5%	5	285	105
8	800	400				350				1	311	95
9	800	400				350			5%	1	389	115
10	800	400				350				5	291	90
11	800	400				350			5%	5	318	100
12	800	400					350			1	301	95
13	800	400					350		5%	1	394	80
14	800	400					350			5	239	85
15	800	400					350		5%	5	282	65
16	800	400						350		1	250	65
17	800	400						350	5%	1	223	55

Il résulte de ce tableau :

1. que les bétons 2 et 6 à Slump de 5 cm., c'est à dire avec une quantité d'eau plus grande que les No. 1 et 4 avec un Slump de 1 cm. sont plus résistants au choc malgré leur résistance à l'écrasement plus faible.

2. les bétons 4 à 17 fabriqués avec des matériaux de rivière résistent notablement moins bien au choc que les No. 1, 2 et 3 fabriqués dans les mêmes conditions avec des matériaux concassés.

3. les résistances au choc des 17 bétons étudiés varient dans la proportion de 1 à 0,46; leur résistance à la compression dans le rapport de 1 à 0,56. A la résistance à la compression 1 correspond la résistance au choc 0,67; à la résistance au choc 1 correspond la résistance à la compression 0,60.

Nos expériences ne sont pas assez nombreuses pour en déduire des lois de variation de la résistance au choc avec différents facteurs. Nous ne donnons donc nos résultats que comme première indication et exprimons le voeu que cette question de la résistance au choc des bétons soit mise à l'étude.

DISCUSSION

M. LOMAN, la Haye

La résistance au choc des bétons à grande quantité d'eau pourrait-elle résulter de l'état plus colloïdal de ces espèces de béton, tandis que les bétons plus secs ont un caractère plutôt cristallin que colloïdal, et offrent par conséquent une plus grande résistance à l'écrasement ?

M. MAGNEL

répond que, d'après lui, c'est une question de coefficient d'élasticité et de déformabilité avant rupture.

Les bétons avec plus d'eau ont un coefficient d'élasticité plus petit que les bétons plus secs, et sont en outre capables de déformations plus grandes avant rupture; ils sont donc capables d'absorber un plus grand travail avant de se rompre.

M. LOMAN

remarque, que la question est analogue à celle de la résistance des matières asphaltiques, qui offrent, grâce à leur état colloïdal, une grande résistance au choc (grande déformation sans rupture), tandis que leur résistance à un poids statique est pratiquement négligeable.

VOLUMETRIC CHANGES IN PORTLAND CEMENT MORTARS AND CONCRETES DUE TO CHANGES OTHER THAN VARIATIONS IN TEMPERATURE

by

RAYMOND E. DAVIS ¹⁾

Professor of Civil Engineering, University of California, Berkeley, California.

Remarks. While it has been recognized in a general way that the permanency of a concrete structure is dependent upon more than mere strength, surprisingly little quantitative data are available concerning certain other properties of concrete which are often of equal or greater importance in structural design. Chief among these is the property possessed by all portland cement mortars and concretes of changing their volume not only during the early period of the hardening process, but thereafter, as variations in moisture conditions occur. Just as a clay shrinks when allowed to dry and swells when again moistened, so does concrete undergo changes and, except it be under water or be maintained in an atmosphere of constant humidity, these volumetric variations are continuously in process, certainly for a long period of time and perhaps throughout the life of the material.

The reasons underlying these volumetric changes due to causes other than variation in temperature are not altogether clear. It is impossible to say where the effect of changes from one source leaves off and that from another source begins; but perhaps both chemical and physical variations are always involved. The chemist is likely to ascribe this action to shrinking and swelling of the colloids of the cement; the physicist might ascribe it to variations in capillary tension within the pore space of the mass. From whatever source, it is a factor to be reckoned with in engineering design, and concrete structures, except those under water, may hardly be regarded as truly permanent unless so designed that the volumetric changes may take place without producing excessive stress. Within the past few years there have been numerous examples of the slow failure of concrete which could only be ascribed to this cause, and there can be little doubt but that this property, of shrinking when allowed to dry and expanding when wet, is the greatest single factor tending to disintegrate our concrete structures. So while concrete is an excellent material

¹⁾ Read at the Congress by Mr. D. A. Abrams.
Int. Congress II

for many purposes, and is likely to be used even more in the future than in the past, it unfortunately possesses the property of variability of volume which, though generally small, cannot always be ignored, but must be quantitatively considered unless our unhappy experiences are to continue.

This paper gives the results of some laboratory studies dealing with volumetric changes in portland cement mortars and concretes which have been in progress in the Materials Testing Laboratory of the University of California during the past three years. While the complete results of these tests are not likely to be available for some years, a program has been arranged which contemplates a determination of variations of the following items:

- a. Richness of Mix
- b. Quantity of Mixing Water
- c. Gradation of Aggregate
- d. Character of Aggregate
- e. Conditions of Curing
- f. Humidity

The laboratory program also includes studies to determine

- g. The Effect of repeated Watersoaking and Drying
- h. The Effect of Admixtures

Apparatus and Methods of Testing. For all tests the specimens have been 3" \times 3" \times 40" bars in the ends of which are cast cylindrical rustless steel gage plugs or contact posts, the latter being held accurately in position by means of metal templets forming the ends of the molds, and being grooved to prevent possible movement within the concrete.

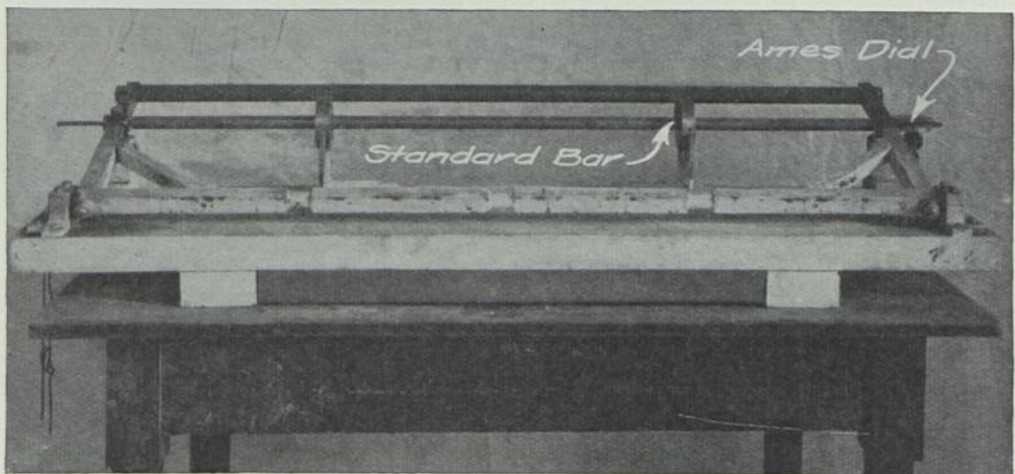


FIG. 1

Changes in length of the specimens have been measured by means of an extensometer specially designed for the purpose, observations being made on an Ames

dial reading to 0.0001 in. by estimation. Fig. 1 shows the extensometer with standard bar in position and Fig. 2 shows the same device with a specimen resting in the V-shaped supports.

Throughout the tests changes in weight as well as changes in length are being observed.

For the most of the tests the specimens have been stored in special rooms where desired conditions may be maintained constant. At the present time four such rooms are in service. All of these are electrically heated and the temperature is thermostatically controlled within less than 1° F. In addition, one of these rooms is equipped with refrigerating coils so that temperatures below freezing may be secured; a second is equipped with sprays for which the water is maintained at a constant temperature by means of an electric water-heater; a third is provided

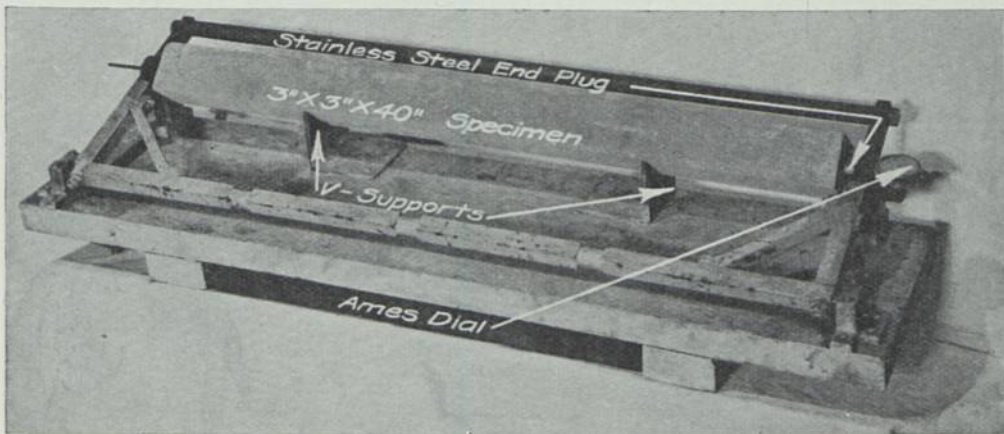


FIG. 2

with a hydrostat and electrically controlled vaporizing apparatus by means of which humidities above normal may be maintained constant when specimens therein are absorbing moisture from the air; and a fourth, in which there is installed a hydrostat and electrically controlled dehydrator by means of which humidities below normal may be maintained constant when specimens stored therein are giving off moisture to the air. Fig. 3 is a photograph of a corner of one of the rooms showing some of the apparatus just mentioned and also showing some of the specimens imposition on their rack. Fig. 4 is a photograph of another room showing dehydrator, specimens in air, tanks in which are stored specimens under water and bins in which are stored specimens in damp sand.

Cement-Lime Mortar Series. These tests are made on a 1 : 3 cement mortar to which varying percentages of hydrated lime were added, the consistency of the mortar being such as to produce a slump of five or six inches. The sand used was

from the Sacramento River. Its analysis showed 94 % passing the 28 mesh sieve and 4 % passing the 100 mesh sieve; and the particles were rounded. All specimens were cured in dry air (average temperature 70° F., average relative humidity 55 %)

In addition to the regular mortar bars, Piers of 12 in. square cross section and 10 ft. high were constructed of brick laid in the same mortar as those employed in the bars, the total thickness of mortar joints within the 10 ft. height being 20 in. The

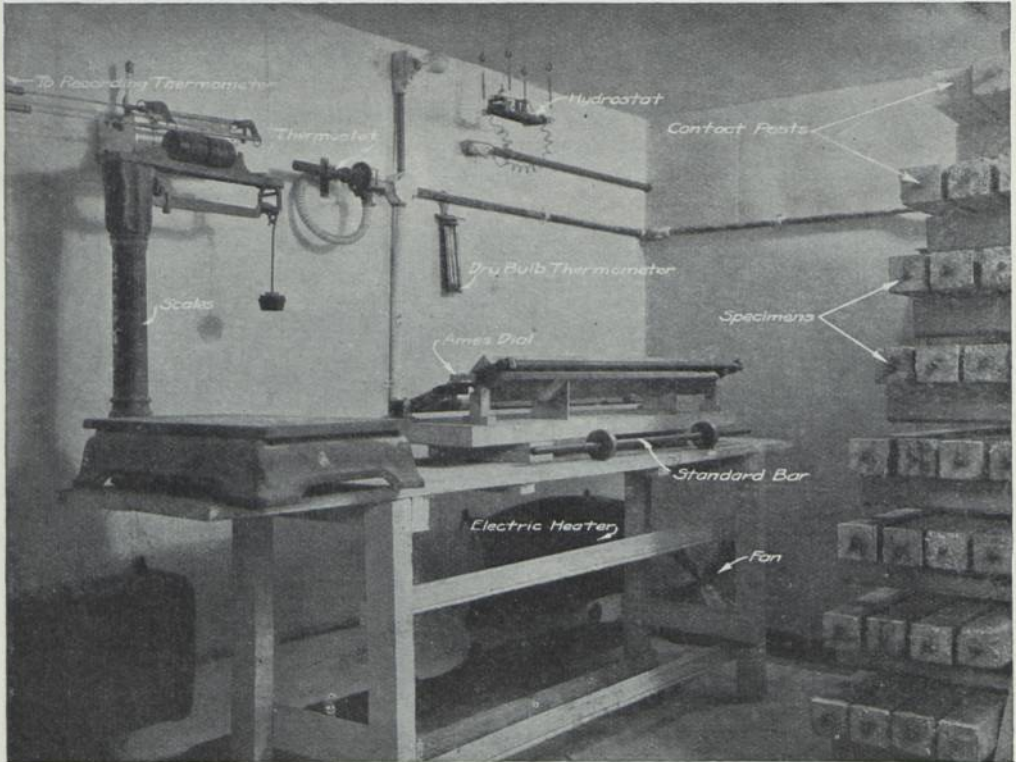


FIG. 3

brick were wet with a hose in the usual manner prior to laying, but were by no means saturated. The piers were stored under conditions the equivalent of those surrounding the bars.

Fig. 5 shows the behaviour of the mortar bars stored in air during the 15-months subsequent to casting. It is seen that regardless of the lime content (which varied from zero to a volume equal to that of the cement) the shrinkage increases quite uniformly and at a rapid rate for the first three months and thereafter at a gradually decreasing rate. After one year shrinkage has apparently ceased, though in the light of other tests some slight additional shrinkage may be expected. From the

diagrams it is evident that the percentage of lime has no marked effect upon the shrinkage of the mortar. The total shrinkage which varies from 0.14 to 0.16 per cent for the several groups is roughly the equivalent of 2 in. per 100 ft.

Fig. 6 gives similar diagrams for the brick piers. Observing the figure it is seen that the pier elongated during the first one or two months after construction, and thereafter in general contracted. With one exception (the straight cement mortar) they reached their original length in twelve to fifteen months after construction.

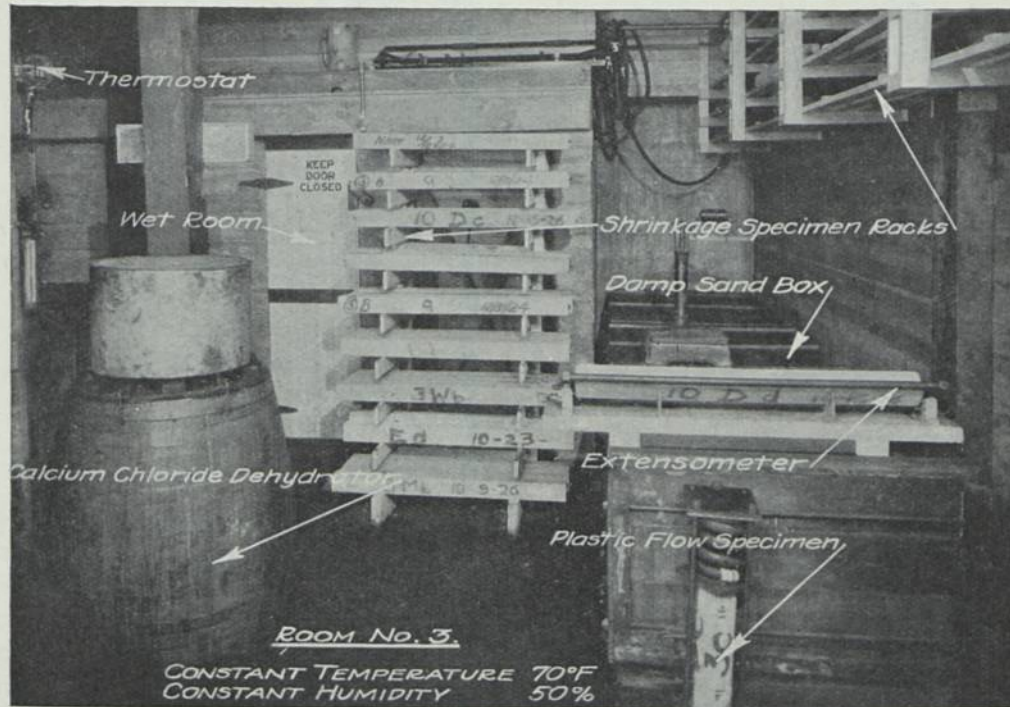


FIG. 4

This tendency to elongate exhibited by the piers is quite in contrast with the behaviour of the corresponding mortar bars, yet perhaps upon careful thought might not be unexpected. It seems probable that prior to the initial set of the mortar the excess moisture had been absorbed by the brick so we had what was in effect a very dry mortar. During the hardening process the cement drew upon the moisture stored in the brick and there was a swelling of the colloids surrounding the cement grains as delayed chemical action took place. This of course was accompanied by an expansion of the mortar masses causing an elongation of the piers. Finally as the drying process continued and chemical actions were retarded, shrinkage began. It is instructive to note that if the elongation takes place entirely within the mort-

ar joints, it represents a mortar expansion of about 0.07 per cent or roughly 1 in. per 100 ft. So far there is no conclusive evidence that the lime content materially affects the expansion or shrinkage, though there is some indication that the mortars with large lime content are more susceptible to changes in humidity. What the

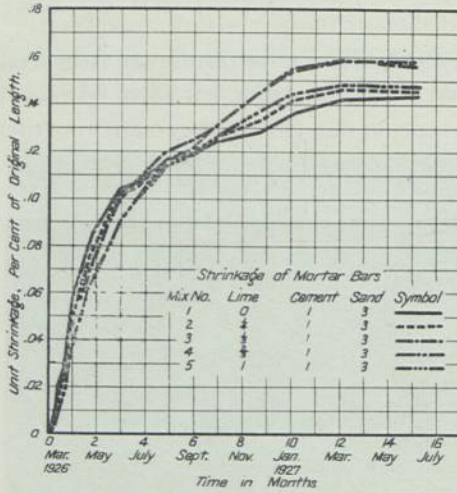


FIG. 5

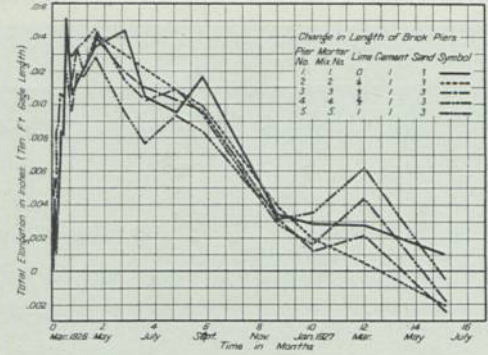


FIG. 6

ultimate shrinkage will be and what will be the effect of wetting the piers after they have reached an apparent state of equilibrium is problematical.

A comparison of Figs. 5 and 6 makes it clear that the behavior of a mortar cast in a non-absorbent mold is no criterion to the behaviour of the same mortar when employed in brick work.

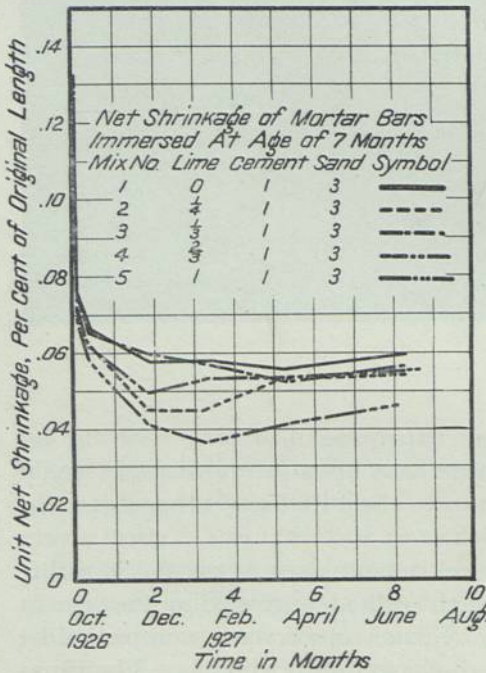


FIG. 7

immersion. It is significant that the expansion is least for the straight cement

To determine the effect of moisture, certain of the bars of the several groups previously mentioned were immersed in water after observations had been taken upon them for seven months in air. Fig. 7 shows the results of these tests. Within about 20 hours after immersion the bars had recovered about one-half the total shrinkage that had developed during the preceding seven months. The indications are that there is no appreciable further recovery after three months of immersion, when there is still a net shrinkage of $\frac{1}{3}$ to $\frac{1}{2}$ that which developed in air prior to

mortar and greatest for the mortar containing the highest percent of lime.

Crushed Granite Concrete. These tests are made upon standard 3" x 3" x 40" bars from a mix of 1 part Colton cement to 4 parts of graded aggregate composed entirely of crushed granite, nearly all passing a 1-1/2 in. sieve and 9 per cent passing a 100 mesh sieve. The ratio of volume of water to that of cement was 1.0 and the average slump was 3.2 in. Specimens are kept continually at 70° F. and those stored in air are subjected to a constant relative humidity of 50 %.

Fig. 8 shows the behaviour of a group of specimens of this series after immersion in

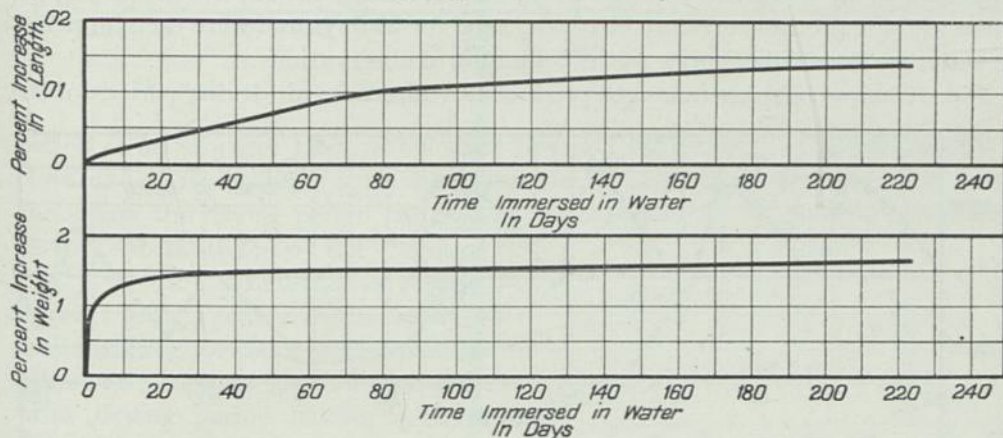


FIG. 8

water at the age of 2 days, the upper diagram giving percent of increase in length and the lower diagram giving percent of increase in weight. It is seen that while the increase in length is accompanied by an increase in weight, the latter takes place much more abruptly than the former. The indications are that the major portion of the increase in weight (nearly 1.5 %) occurs during the first two weeks and that thereafter the rate of increase is very small; while it appears that the rate of expansion is quite uniform for the first two months and thereafter decreases until at the end of six months it has become very small. The expansion amounts to a little more than 1/8 in. per 100 ft. within the first six months.

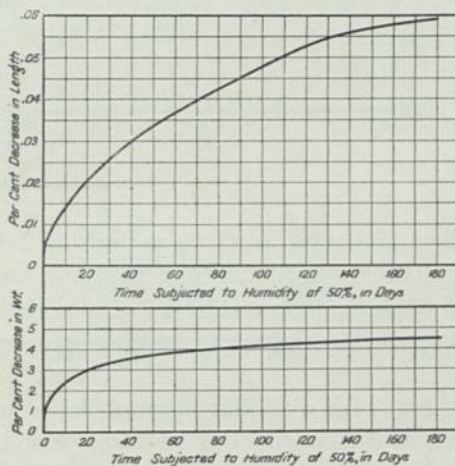


FIG. 9

The diagrams of Fig. 9 showing the corresponding changes in a group of specimens cured in damp sand for 28 days

and thereafter stored in air have the same general trend as those of Fig. 8, but the air shrinkage is about five times the corresponding expansion in water and the decrease in weight in air is about twice the corresponding increase in weight in water. At the end of six months the shrinkage amounts to about $\frac{3}{4}$ in. per 100 ft. or approximately one-half that of the corresponding shrinkage of the 1 : 3 mortar for which shrinkage diagrams were shown in Fig. 5.

In order to determine the effect of alternate wetting and drying upon expansion and contraction, five groups of specimens have been under observation, the times of alternate air and water storage being varied among the several groups. Specimens of these groups were cured in damp sand for 28 days and were then immersed in water for 7 to 10 days prior to the beginning of observations.

Fig. 10 shows changes in length produced by alternate air drying periods of five

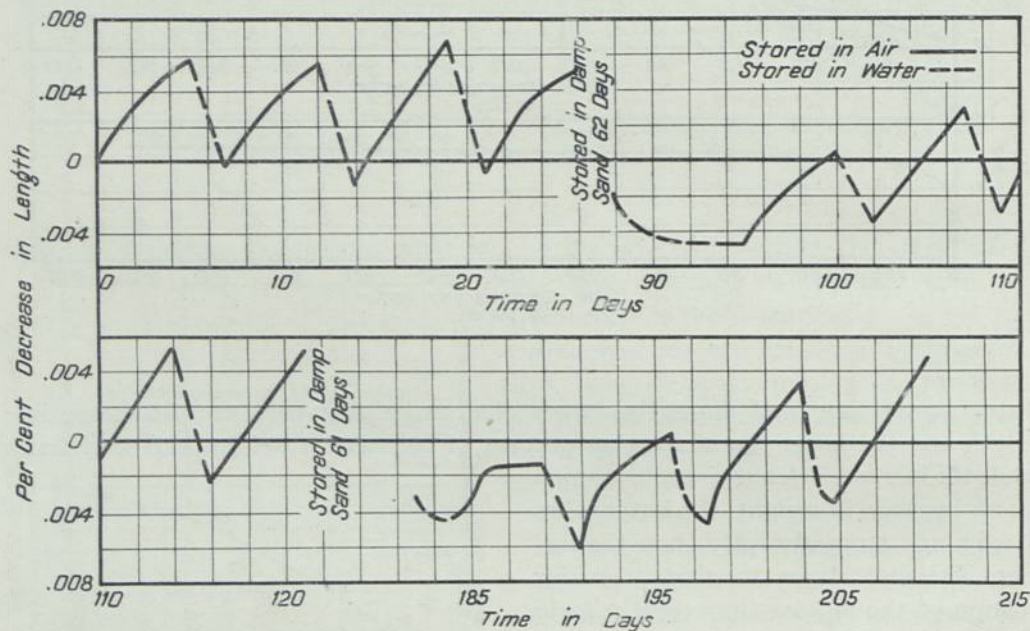


FIG. 10

days and water soaking periods of 2 days. It will be noted that after four repetitions there is a rest period when the specimens are stored in damp sand for a period of 63 days, followed by a 7-day period of water soaking, when the process of alternate drying and water soaking is repeated four times more.

Fig. 11 is a similar diagram for a second group for which alternate 10-days drying and 4-days water soaking periods were employed.

Figs. 12, 13 and 14 are respectively diagrams for groups having alternate drying periods of 3-weeks, 6-weeks and 3-months, and water soaking periods of one-week.

From a study of Figs. 10—14 it does not appear that, for the few repetitions re-

ported, alternate wetting and drying has any marked effect upon the magnitude of the shrinkage from the end of a period of water-soaking to the end of a following

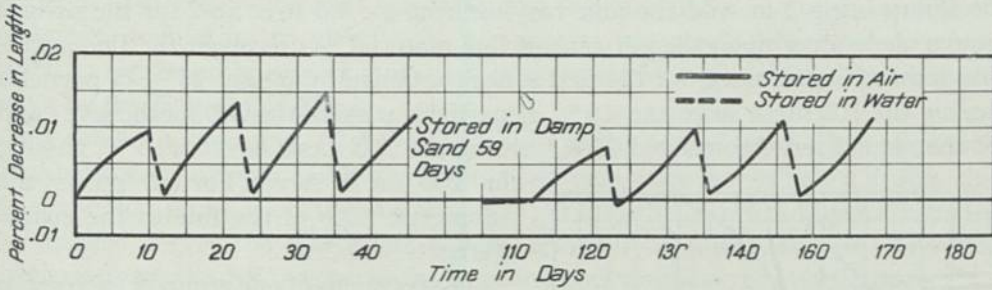


FIG. 11

period of air storage. There is evidence however that after a prolonged period in the air there is a residual shrinkage when the concrete is again water-soaked, and the longer the drying period the greater this residual shrinkage becomes. This is further substantiated by the diagrams of Figs. 7 for the 1 : 3 mortar showing what appears to be a practically constant residual shrinkage of about $\frac{1}{3}$ the maximum, after water-soaking for two months, the prior drying period having been seven months.

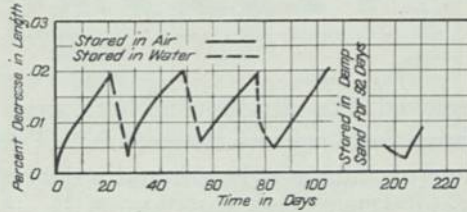


FIG. 12

Effect of Fines on Shrinkage of Crushed Granite Concrete. In order to determine the effect of the finer particles of the aggregate upon shrinkage and expansion, two series of tests were made upon groups of regular 3" x 3" x 40" specimens for which the aggregate was composed entirely of a graded crushed granite, practically

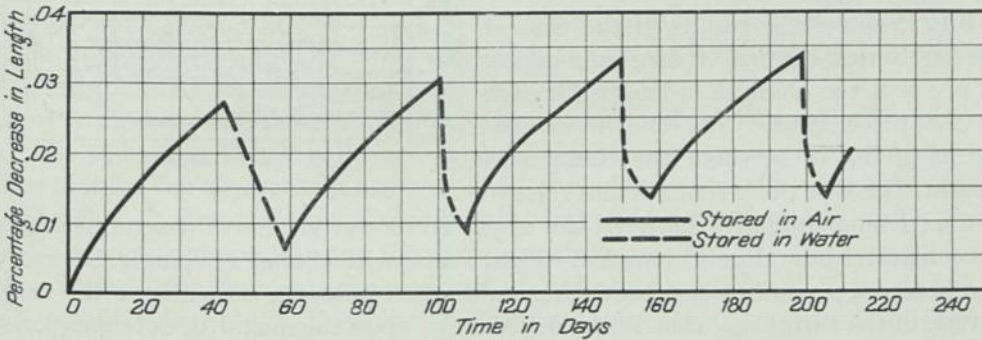


FIG. 13

all of which passed a $\frac{3}{4}$ " sieve. For both of these series the ratio of the volume of water to that of cement was 1.0. For the first series the cement ratio was kept constant, the mix being 1 part Colton cement to 4 parts of mixed aggregate and the

slump being 4 to 6 in. for the several groups, depending upon the percentage of fine material. In the second series the consistency of the mix was kept constant, the slump being 3 in. and the mix varying from 1 : 4.5 to 1 : 5.2 for the several groups, depending upon the per cent of fine material. As received the fine aggregate (passing $\frac{1}{4}$ in. sieve) for the first series contained by weight 25 % of particles passing the 100 mesh sieve and 16 % of particles passing the 200 mesh sieve; and for the second series contained 26 % passing the 100 mesh sieve and 9 % passing the 200 mesh sieve. For all mixes the volumetric ratio of the fine to the coarse aggregate was 2 to 3.

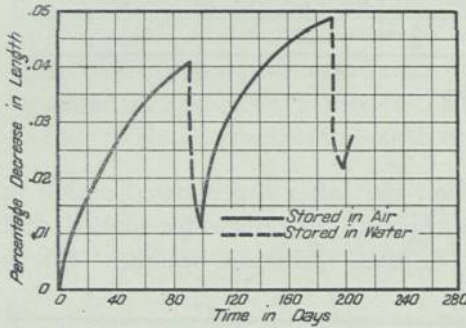


FIG. 14

removed. For all groups of both series the specimens were cured for four days in damp sacks prior to the removal of molds, at the end of which period observations of changes in length and weight were begun. They were then stored in air for about two weeks, oven-dried at 105°C . to constant weight, immersed in water for approximately one year, stored in air for about 5 months and dried a second time to constant weight.

Fig. 15 shows the results of the tests of the first series, the upper diagrams giving in per cent the changes in length for each of the three groups and the lower diagrams giving in per cent the changes in weight. The first thing that catches the eye

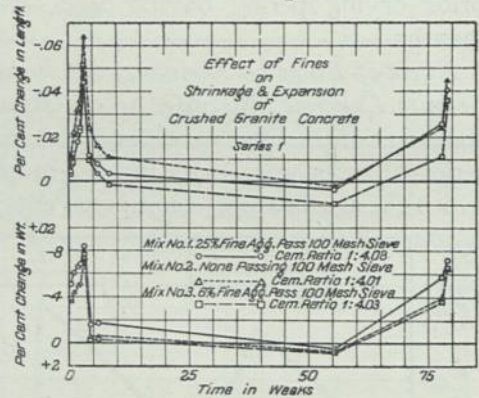


FIG. 15

is the striking similarity between the upper and lower groups of diagrams, which demonstrates how closely change of weight varies with change in volume. Secondly the percentage of fines apparently has no marked influence either upon the magnitude of the shrinkage when in the dry state or upon the magnitude of the expansion after the prolonged period of immersion. Lastly the shrinkage at the end of the second oven-drying period is somewhat less than at the end of the first oven-drying period, though prior to the second period of oven-drying the specimens were air-dried for 5 months.

It is instructive also to note that the maximum shrinkage, amounting to about

0.06 per cent, is about the same as that exhibited by the group stored for six months continuously in air after curing 28 days in damp sand, illustrated by the diagram of Fig. 9, and that the maximum swelling at the end of the period of immersion, amounting to about 0.01 per cent is not much different from that exhibited by the group stored continuously in water for a period of 6 months, as shown by the diagram of Fig. 8.

In a similar manner Fig. 16 shows the results of the second series. Here the similarity between the upper and lower diagrams is even more marked than in Fig. 15. As for the first series, there is no clear indication that the percent of fines affects to any marked degree the magnitude of the shrinkage or expansion, for while the shrinkage is greater for the specimens containing all the fines, these specimens also contain the most cement.

Comparing Fig. 16 with Fig. 15 it will be found that the variations in weight are nearly the same for the two series, but that the specimens of the second series, for which the cement ratio is the larger, exhibit the larger shrinkage and the smaller swelling.

Volumetric Changes in Gravel Concrete.

Tests on gravel concrete more extensive than any of those previously described have been in progress for nearly three years, but owing to limitations upon the length of this paper they cannot here be described in detail. Niles gravel and Santa Cruz portland cement were used throughout. The gravel included principally the granite, quartzite, diorite and sandstone

pebbles grading into sand composed of a mixture of decomposed argillaceous and igneous materials including about 30% quartz. A series of tests has been made upon each of four different gradations of aggregate, the gravel being screened into four sizes and then recombined in the desired proportions.

For Series 1 the aggregate is composed entirely of small pebble nearly all between the sizes $\frac{3}{8}$ in. and $\frac{1}{8}$ in. Its fineness modulus is 4.83 and its surface modulus is 4.74.

For Series 2 the aggregate is composed of 1 part of coarse sand between the sizes $\frac{1}{8}$ in. and $\frac{1}{16}$ in. and three parts of large pebbles between the sizes 1 in. and $\frac{3}{8}$ in. The fineness modulus is 6.16 and the surface modulus is 3.73.

For Series 3 the aggregate is composed of 38% large pebbles (1 in. to $\frac{3}{8}$ in.), 25% small pebbles ($\frac{3}{8}$ in. to $\frac{1}{8}$ in.), 20% coarse sand ($\frac{1}{8}$ in. to $\frac{1}{16}$ in.) and 17% fine sand (below $\frac{1}{16}$ in. with 1 per cent passing 100 mesh sieve). Fineness modulus 5.04; surface modulus 7.05.

For Series 4 the aggregate is composed of 19% large pebbles (1 in. to $\frac{3}{8}$ in.), 62.5% small pebbles ($\frac{3}{8}$ in. to $\frac{1}{8}$ in.), 10% coarse sand ($\frac{1}{8}$ in. to $\frac{1}{16}$ in.) and 8.5% fine sand (below $\frac{1}{16}$ in.) Fineness modulus 4.93; surface modulus 5.90).

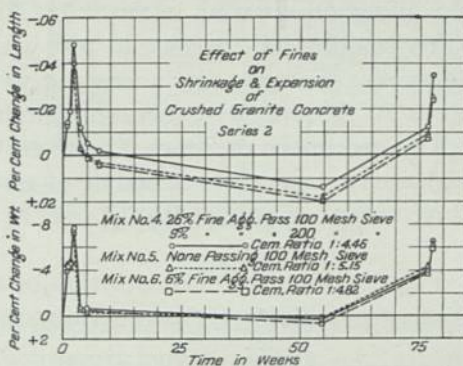


FIG. 16

Within each series there are four groups of $3'' \times 3'' \times 40''$ specimens varying from each other as regards richness of mix. The mixes are as follows: Group A, 1 : 2; Group B, 1 : 3; Group C, 1 : 4.5; and Group D, 1 : 6. Also a group of neat cement specimens was made.

The consistency of the mix was such as to produce a slump of $\frac{1}{2}$ to 1 in. Specimens were cured under water for 28 days prior to the beginning of observations. For the groups of the first three series and for the group of neat cement specimens the testing program was as follows, beginning with observations in the saturated condition at the end of approximately 28 days: oven-drying to constant weight, storing under observation in air at constant temperature of 78°F. ; and constant relative humidity of 45 % for period of 6 weeks; storing in atmosphere subjected to the normal variations of temperature and humidity without observation for 18 weeks; oven-drying to constant weight; storing under observation in air at 78°F. and 75 % relative humidity for 17 weeks; oven-drying to constant weight; storing under observation in air at 78°F. and 95 % relative humidity for 17 weeks; water-soaking for 3 weeks; at rest without observation in normal atmosphere for 44 weeks; oven-drying to constant weight; water-soaking for 3 weeks; storing in air at 70°F. and 50 % relative humidity.

The specimens of Series 3 were cast after the tests at 45 % relative humidity had been run, and the schedule of tests for this series is the same as for the first three series beginning with the tests at 75 % relative humidity.

Fig. 17 is a typical illustration of the behaviour of the several specimens of a single group during the process of moisture absorption and expansion from an oven-dry state.

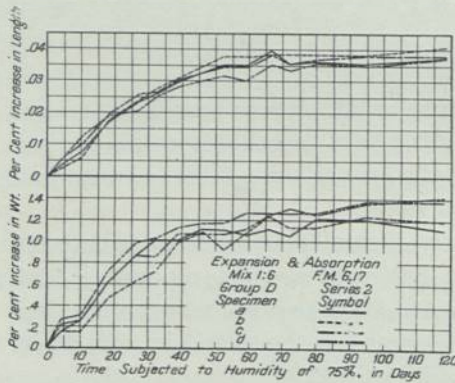


FIG. 17

The upper diagrams show for each specimen of the group the relation between expansion and time and the lower diagrams give corresponding relations between absorption and time. The close agreement between corresponding values for the several specimens is at once apparent, as is also the similarity of shape between the diagrams for expansion and those for absorption.

Fig. 18 shows graphically the behaviour of Series 1, Group A (small pebbles, 1 : 2

mix) since the beginning of the tests. The diagram near the top of the figure shows the conditions as regards humidity, except that zero humidity indicates an oven-drying period and 100 percent humidity indicates a water-soaking period. The full line curves of the lower portion of the figure show the relation between change of length and time, the changes being reckoned from the first oven-dry length; and the broken line curves of the lower portion of the figure indicate in a similar man-

ner the changes in weight. The legend on the figure indicates the rest periods and points corresponding to oven-dry and water-soaked conditions.

A study of the figure shows that when stored in a humid atmosphere these specimens increase in weight and in length; the rate being rapid at first and then gradually decreasing until it becomes very small or practically zero. It is evident that the higher the relative humidity the more rapid is the initial rate of absorption and expansion and the greater is the magnitude of the absorption and expansion before a state of equilibrium is reached. It is also clear that the changes in moisture content are not alone responsible for changes in length, as illustrated by the fact that the shrinkage from a water-soaked state to an oven-dry state at the beginning of the tests (left end of diagram) is augmented by further shrinkage when oven-dried following both the 45% and the 75% humidity periods, while the initial oven-dry weight corresponds very closely with the oven-dry weights following the periods of 45 and 75 percent relative humidities. Furthermore when at the end of the 95% relative humidity period the specimens are water-soaked, the increase in weight is very considerable but the increase in length is slight.

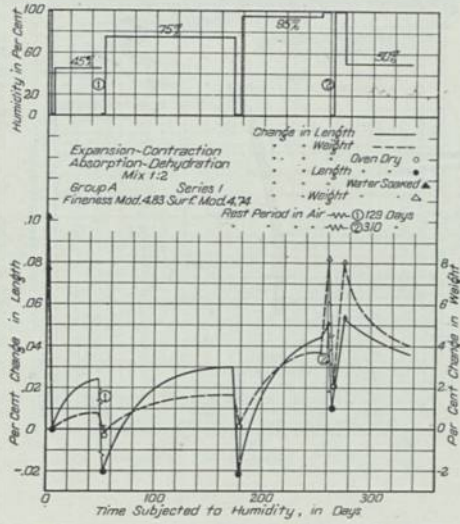


FIG. 18

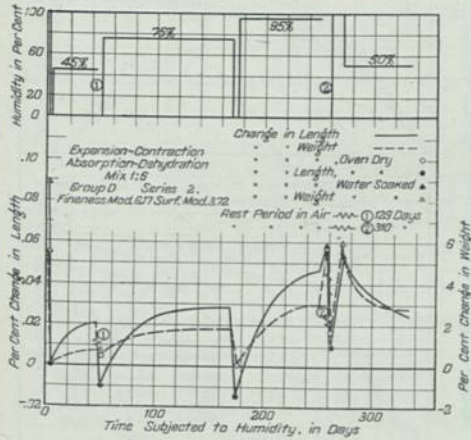


FIG. 19a

of 10 months in air agree very closely with the original weight, while the corresponding lengths are about mean between the original water-soaked length and the original oven-dry length.

It is also instructive to observe that the initial shrinkage from wet to oven-dry is materially greater than the following expansion from oven-dry through the 95% period to the water-soaked condition; and that in turn this latter expansion is considerably larger than the expansion occurring between the oven-dry and water-soaked stages prior to and succeeding the 10 months rest period in air. This points to the contraction from a wet to a dry state or the expansion from a dry to a wet state becoming less with age. It is significant that the water-soaked weights just prior to and just following the rest period

Figs. 19a and 19b give, respectively, corresponding diagrams for Group D, Series 2 (1 : 6 mix, large pebbles and coarse sand), and Group B, Series 3 (1 : mix, well graded but excess fines). A comparison with the previous figure shows the marked similarity of the two sets of curves.

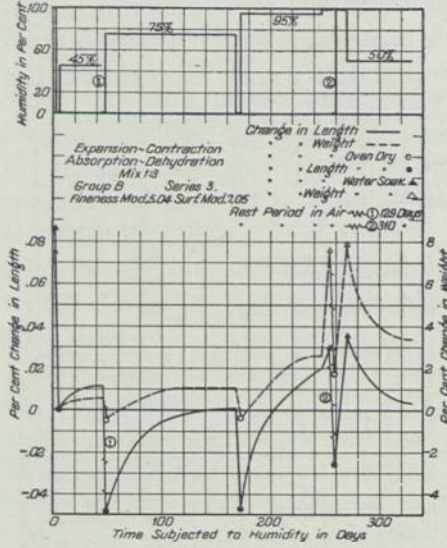


FIG. 19b

Fig. 20 shows the behaviour of the group of neat cement specimens.

Fig. 21 illustrates for Groups A (1 : 2 mix) the influence of the gradation of aggregate upon absorption and expansion during the period when specimens were subjected to 75 % relative humidity; and Fig. 22 gives similar diagrams for Group D (1 : 6 mix) at 95 % humidity. Consulting these diagrams it appears that gradation of aggregate produces no marked effect upon either the expansion or the absorption.

Fig. 23 shows for each of the groups of Series 1 the changes in weight and in

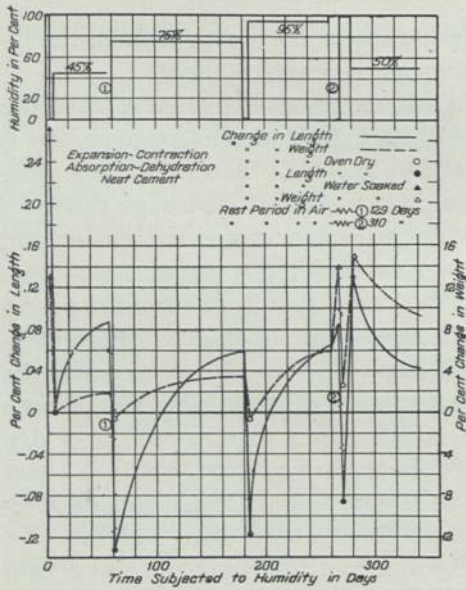


FIG. 20

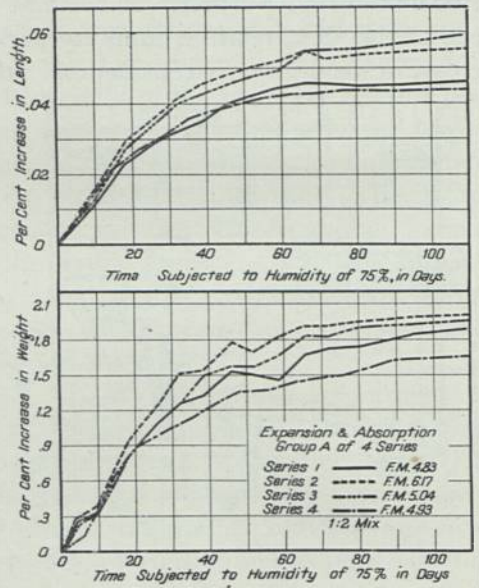


FIG. 21

length taking place during the period when the specimens were stored in air at

75 % relative humidity. It will be noted that both absorption and expansion are direct functions of the cement ratio.

Fig. 24 shows similar diagrams for Series 3.

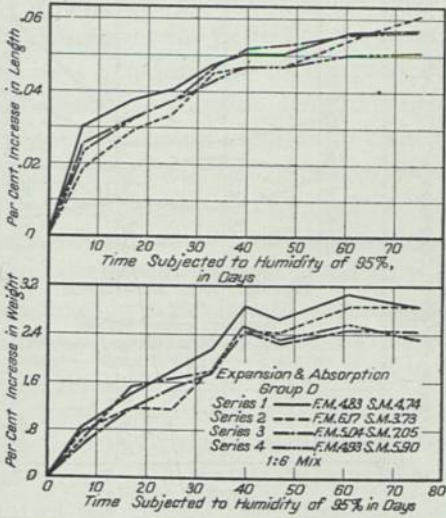


FIG. 22

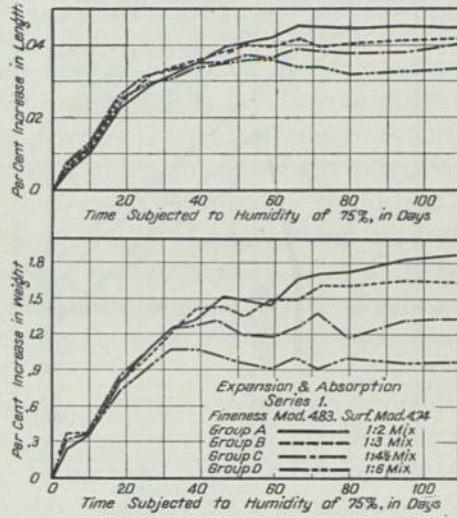


FIG. 23

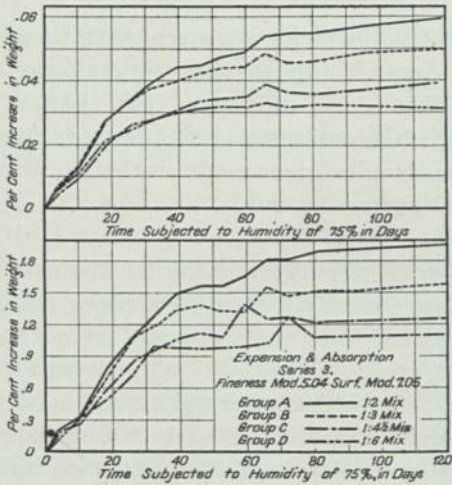


FIG. 24

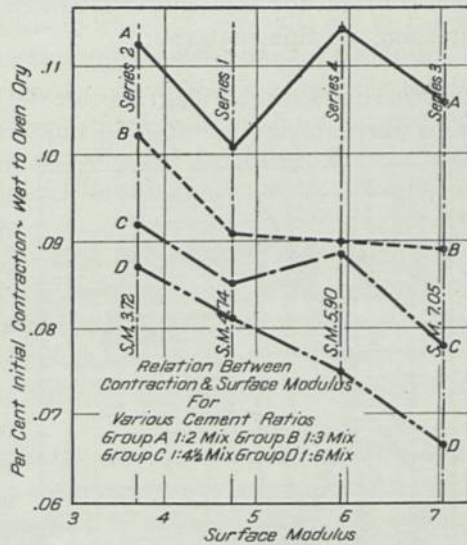


FIG. 25

To render a simple comparison of the expansions and contractions of the several groups, these values have been plotted against surface modulus of the aggregates of the several series. Fig. 25 shows the contraction that took place at the beginning

of the tests when the specimens were oven-dried from a water-soaked condition at the approximate age of 28 days. For the leaner mixes it appears that the contraction varies inversely with the fineness modulus, or in other words, those specimens

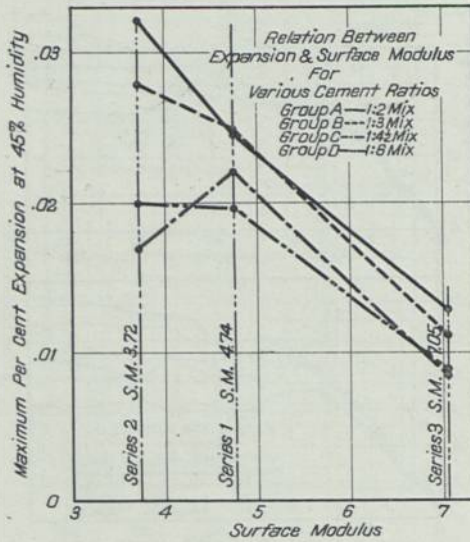


FIG. 26

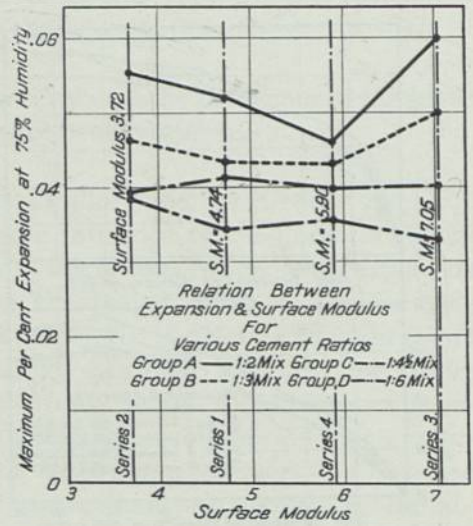


FIG. 27

which contain fine sand contracted less during this initial drying than did those containing no fine material.

Fig. 26 shows similar diagrams for the expansion which took place when the specimens were stored in air at 45 % humidity. Again it appears that the gradation of the aggregate influences the change in length, the expansion being less for specimens of high surface modulus than for those of low surface modulus.

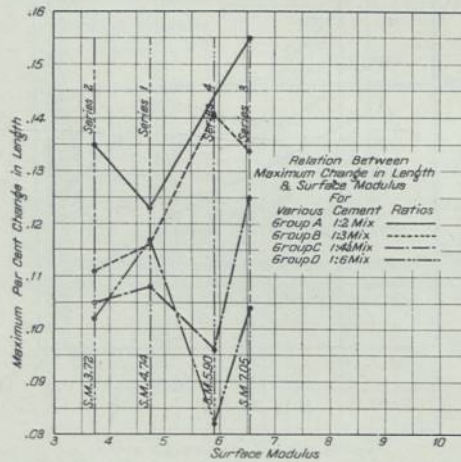


FIG. 28

Fig. 27 illustrates in similar manner the changes in length that took place during the period when the specimens were stored in air at 75 % humidity after a rest period of 4 months in normal air followed by a second oven-drying. It is not apparent that the gradation of the aggregate influences the magnitude of the expansion.

In Fig. 28 are plotted maximum observed changes in length against surface moduli of the several series, there being shown a separate diagram for each cement

ratio. It should be understood that the maximum change in length refers to the difference between the maximum length and the minimum length observed within the period since the beginning of the tests, and includes not only the shrinkage observed during the initial period of oven-drying but in addition any further shrinkage which took place thereafter. From the figure it is evident that the maximum shrinkage over the period of the tests increases with the cement ratio and appears also in a general way to increase with the surface modulus of the aggregate.

Summary of Results. This paper is a brief report on tests still in progress to determine volumetric changes in cement-lime mortars, in crushed granite concretes and in gravel concretes. Observations of changes in length and weight extend over periods ranging from six months to nearly three years. Even when conditions are constant volumetric changes continue over long periods of time and for this reason some of the conclusions given in the following paragraphs are likely to require modification in the future as more extensive data are obtained. Before quantitative values are accepted, the conditions surrounding the tests, previously explained in this paper, should be understood.

Cement-Lime Mortars. These tests are being made upon mortars for which the basic mix is 1 part portland cement and 3 parts fine river-sand. To this basic mix has been added hydrated lime in varying proportions up to a volume equal to that of the cement. The specimens are mortar bars and brick piers. This report covers a period of 15 months during which period a part of the bars and all of the piers have been stored continuously in air and the remainder of the bars have been stored seven months in air and eight months in water. The results are as follows:

1. Mortar bars in air decreased in length continuously until 12 months old, when a state of volumetric equilibrium seemed to have been reached. The total linear shrinkage amounted to 0.14 to 0.16 per cent (See Fig. 5) or about 2 in. per 100 ft.

1. There is no evidence that the lime content affected the shrinkage to a marked degree (See Fig. 5) though the shrinkage is smallest for the cement mortar without lime.

2. Brick piers in air expanded during the first two or three months and thereafter shrunk almost continuously, most of them reaching their original length when 12 to 15 months old, with indications of an ultimate net shrinkage. The expansion varies from 0.013 to 0.015 in. per 10 ft. height of pier. If it be assumed that this takes place entirely within the mortar joints, it represents a mortar expansion of about 1 in. per 100 ft. (See Fig. 6)

2a. The pure cement mortar pier shows the largest expansion and the mortar with greatest lime content shows the least, but the difference is not marked (See fig. 6).

2b. The indications are that the mortars with high lime content are more susceptible to changes in atmospheric humidity than are those of low lime content, swelling when the humidity is high and shrinking more rapidly when the humidity is low (See Fig. 6, December to March are months of high humidity).

2c. The indications are that the ultimate shrinkage of the pure cement mortar will be small.

3. The volumetric changes of a mortar bar cast in a non-absorbent mold and stored in air is no criterion to the volumetric changes that may be expected to occur in the same kind of mortar when used as the joint material in brick work (See Figs. 5 and 6).

4. Mortar bars when stored in air for 7 months and thereafter stored in water do not return to their original length but show a net shrinkage of $\frac{1}{3}$ to $\frac{1}{2}$ the shrinkage prior to immersion. The evidence is that they reach a state of volumetric equilibrium in about three months after immersion. (See Fig. 7).

4a. When volumetric equilibrium is reached the expansion accompanying immersion is least and the net shrinkage is greatest for the pure cement mortar and the expansion accompanying immersion is greatest and the net shrinkage is least for the mortar containing the largest lime content (See Fig. 7).

Volumetric Changes in Crushed Granite Concrete. These tests are being made on bars composed of 1 part cement to 4 parts of crushed granite graded below the $1\frac{1}{2}$ in. size, 9 % of the aggregate passing a sieve having 100 meshes to the inch. The water-cement ratio was 1 by volume. The tests have extended over a period of about 6 months. Some of the specimens have been stored continuously in water; the remainder were cured in damp sand for 28 days and thereafter some have been stored continuously in air and others have been alternately stored in air and in water, the time between alternations varying for the several groups. The results follow:

1. The specimens stored in water with the passage of time increase both in length and in weight. The increase in length takes place at nearly a uniform rate for the first two or three months and at the end of six months the state of volumetric equilibrium seems nearly to have been reached. The increase in weight is more abrupt, most of it occurring within the first fifteen days, but the indications are that thereafter there is a slow increase accompanying the increase in length (See Fig. 8).

1a. The change in length within the six months period amounts to 0.013%. The corresponding change in weight is 1.5 % (See Fig. 8).

2. Specimens stored in air after having been water-soaked both shrink and lose weight, the rate of shrinkage and dehydration becoming less with the passage of time (See Fig. 9).

2a. At the end of 6 months, the shrinkage is about 0.06 % or roughly $\frac{3}{4}$ in. per 100 ft. and the loss in weight is nearly 5 %.

3. Within the first six months the loss in weight of the concrete in air at 50% humidity is about three times as much as the gain of weight of concrete under water; similarly the shrinkage in air is about five times the expansion in water for the same period (See Figs. 8 and 9).

4. Under conditions of alternate air and water storage there is no evidence that the expansion accompanying immersion is materially different from the contraction accompanying the preceding period of air storage when the period of air storage is 10 days or less, but for periods of air storage of greater length it appears that

the total expansion is less than the total contraction, leaving a residual shrinkage, (See Figs. 10—14).

4a. The maximum shrinkages from the initial water-soaked state are as follows (See Figs. 10—14).

Length of Air Storage Period	5d	10d	3w	6w	3mo.
Length of Water Storage Period.	2d	2d	1w	2w-1w	1w
Shrinkage, per cent	0.007	0.014	0.020	0.030	0.040

Effect of Fines Upon the Shrinkage of Crushed Granite Concrete. These tests are being made upon concretes for which the aggregate (including all fine material) is crushed granite. They extend over a period of 18 months. For all specimens the ratio of volume of water to volume of cement was 1. The ratio of fine (passing No. 4 sieve) to coarse aggregate (maximum size $\frac{3}{4}$ in.) was 2 : 3. For one series the fine aggregate contained 26 % of material which passed a No. 100 sieve and 9 % which passed a No. 200 sieve; for a second series the fine aggregate as received contained 25 % of material passing a No. 100 sieve and 16% passing a No. 200 sieve. In one group of tests of each series the fine aggregate was used as received; in a second group all fines passing a No. 100 sieve were removed; and in a third group fines to the extent of 6 % by-weight of the fine aggregate were incorporated in the mix. For the first series the mix was 1 cement to 4 mixed aggregate; for the second series the consistency was constant (slump 3 in.) the mix varying from 1 : 4.5 to 1 : 5.2.

Tests were begun on wet specimens 4 days old, and test conditions were as follows: two weeks in air, oven-drying to constant weight, 8 months in water, 5 months in air, oven-drying to constant weight. The results follow:

1. The percentage of fines (granitic material passing sieve having 100 meshes to the inch) seems to have no appreciable effect upon the shrinkage when the concrete is dried nor upon the expansion when the concrete is water-soaked for a long period (See Figs. 15 and 16).

2. Changes in length are accompanied by closely corresponding changes in weight (See Figs. 15 and 16).

3. Specimens having the higher cement ratios in general show the larger shrinkages when oven-dried and the smaller net expansions when water-soaked for a prolonged period (See figs. 15 and 16)

3a. The extreme change in length for the full test period is about 0.06 % for the specimens of each series but the contraction from the original length is about 0.05% for the first series (See Fig. 15) and about 0.04 % for the second series (See Fig. 16).

3b. The extreme change in length is about $\frac{1}{2}$ that observed for a gravel concrete of the same richness of mix but with materially less fines.

4. At the termination of the final period of oven-drying the specimens are both heavier and longer than they were originally, though the difference is not large.

Volumetric Changes of Gravel Concrete as Affected by Variations in Cement Ratio, Gradation of Aggregate and Humidity. These tests are being made on bars composed of gravel concrete, the gravel being screened into four sizes and recombined so as to give four different gradations. The tests are divided into four series differing as regards gradation of aggregate, and each series is divided into four groups differing from one another as regards richness of mix. The recombined aggregates for the four series vary from one of nearly ideal gradation but somewhat above Fuller's curve (Surface modulus 7.1) to one composed almost entirely of pebbles and very coarse sand (Surface modulus 3.7). The mix for the four groups in each series varies from 1 : 2 to 1 : 6. Neat cement bars have also been under observation.

The tests have extended over a period of 32 months and the specimens have been repeatedly oven-dried and water-soaked, and have been stored in air at constant temperature and regulated humidity for varying periods. Tests were begun upon specimens cured in water for about 28 days. Following are some of the results so far obtained:

1. When specimens of a given gradation and mix are oven-dried and then are stored in an atmosphere of constant humidity and constant temperature they expand and absorb moisture rapidly at first and then at a decreasing rate until finally a state of volumetric and weight equilibrium is reached. It appears that expansion and absorption cease at practically the same time. In general the agreement between the several specimens of the same groups is very close. (See Fig. 17).

2. When concrete in the oven-dry state is stored in air its rate of increase in length and in weight varies with the degree of humidity, and the magnitude of its expansion and absorption when equilibrium is reached is a function of the degree of humidity (See figs. 13, 19a, 19b, periods of 45, 75 and 95 percent relative humidity).

3. Concrete cured in water for 28 days and then oven-dried in the customary manner exhibits a shrinkage less than that which will ultimately be obtained if the concrete is stored in air for a considerable period and then is again oven-dried, but the subsequent oven-dry weights agree closely with the original weight (See Figs. 18, 19a, and 19b).

4. When concrete originally is cured for a normal length of time under water and is then subjected to successive stages of oven-drying and long periods of air-storage, it takes on a permanent shrinkage which is not recovered when it is again water-soaked, though it returns practically to its original water-soaked weight. It therefore appears that over a long period of time changes in weight do not run quite parallel with changes in length. (See Figs. 18, 19a, 19b).

5. Furthermore when concrete has passed through the stages mentioned and after the final water-soaking is stored in air for a long period of time and then is oven-dried, its weight is greater than the original oven-dry weight but its length may be greater or less than the original oven-dry length, depending upon the richness of the mix and the gradation of the aggregates. For aggregates of low surface modu-

lus the length is likely to be greater than the original oven-dry length and for aggregates of high surface modulus it is likely to be less than the original oven-dry length, for rich mixes greater and for lean mixes less. (See Figs. 18, 19a, 19b).

6. The original shrinkage from wet to oven-dry is greater than the subsequent shrinkage from wet to oven-dry with intervening conditions as mentioned above (See Figs, 18, 19a, 19b).

7. The general behaviour of neat cement under like conditions of storage is similar to that of a rich concrete with aggregate of high surface modulus, though of course the magnitude of the changes is much greater (See Figs. 20 and 19b).

8. When oven-dry concretes containing aggregates of a given gradation but with varying richness of mix are stored in air at a constant humidity, the richer the mix, the greater the expansion and the greater the absorption (See Figs. 23 and 24)

9. When concretes are cured for 28 days in water and then oven-dried in the customary manner, as previously explained, this initial shrinkage is likely to be less for lean mixes than for rich ones and also less for aggregates of high surface modulus than for those of low surface modulus (See Fig. 25).

9a. The limits of this initial shrinkage are as follows for the several mixes:

Mix	1 : 2	1 : 3	1 : 4.5	1 : 6
Per cent shrinkage	0.101-0.113	0.089-0.102	0.078-0.092	0.067-0.087

The greater value for each mix is for aggregate of low surface modulus and the lesser one is for aggregate of high surface modulus (See Fig. 25).

10. When concretes are cured for 28 days in water, oven-dried, and stored in air at a normal humidity the expansion which takes place prior to volumetric equilibrium is in general less for lean mixes than for rich ones and less for aggregates of high surface modulus than for those of low surface modulus (See Fig. 26).

10a. At 45% relative humidity the limits of these expansions are as follows for the several mixes:

Mix	1 : 2	1 : 3	1 : 4.5	1 : 6
Percent Expansion .	0.0124-0.0321	0.0111-0.0277	0.0084-0.0219	0.0085-0.0200

11. When oven dry concretes of considerable age having a given richness but with aggregates of varying gradations are stored in air at a constant humidity, while they do not expand and absorb moisture at the same rate, behave with sufficient uniformity to indicate that the gradation of the aggregate has no large influence upon either changes in length or weight (See Figs. 21, 22, 27).

11a. At 75% relative humidity the limits of expansion for the several mixes are as follows (See Fig. 27).

Mix	1 : 2	1 : 3	1 : 4.5	1 :
Percent Expansion .	0.046-0.060	0.043-0.050	0.039-0.041	0.038-0.038

12. The maximum shrinkage that has developed since the beginning of the tests is greater for rich mixes than for lean ones. In a general way it appears also that the shrinkage is greater for aggregates of high surface modulus than for those of low surface modulus, which in effect means that those concretes for which the individual voids in the aggregate are small are, for the same richness of mix, likely

to undergo greater volumetric changes than those for which the individual voids are large (See Fig. 28).

13a. Following are the maximum observed shrinkages for each group of each series:

Series	Fineness	Surface	Shrinkage in Per cent			
	Modulus	Modulus	Group A 1 : 2 mix	Group B 1 : 3 mix	Group C 1 : 4,5 mix	Group D 1 : 6 mix
1	4.83	4.74	0.122	0.115	0.107	0.106
2	6.17	3.73	0.135	0.111	0.103	0.101
3	5.04	7.05	0.155	0.134	0.125	0.105
4	4.93	5.90	0.144	0.140	0.097	0.082

13b. The maximum shrinkage of the neat cement is 0.404 % (See Fig. 20).

14. The character of the aggregate has an important influence upon volumetric changes. The crushed granite concrete with all fines included has a surface modulus of about 20, with 26% of fine aggregate passing a No. 100 sieve; Series 3 of the gravel concrete tests has a surface modulus of 7, with 1% of fine aggregate passing the No. 100 sieve. In spite of this wide discrepancy in fines the gravel concrete has developed about double the shrinkage exhibited by the crushed granite concrete.

RETRAIT ET DILATATION DU BÉTON. RÉSULTATS D'EXPÉRIENCE

par

H. RABOZÉE

Professeur-Directeur du laboratoire d'essai des matériaux de l'École Militaire, Bruxelles.

La variation de volume, sous l'effet de diverses influences, est un grave inconvénient dans l'emploi du béton. Particulièrement dans certains ouvrages hyperstatiques et dans les pièces en béton armé, ces variations peuvent déterminer des tensions intérieures importantes, des fissures de retrait et même la dislocation de la masse.

Les causes de ces dilatations et retraits sont :

- 1°. Les réactions chimiques qui se produisent pendant la prise et le durcissement du ciment, parfois dans la suite sous certaines influences extérieures;
- 2°. Les variations de température;
- 3°. Les variations du degré d'humidité.

L'objet des présentes recherches est surtout l'étude de la troisième cause.

Elles ont porté sur trois prismes d'un mètre de longueur, à section carrée de dix centimètres de côté. Le premier était fabriqué au *ciment fondu* (F), le second au ciment suisse d'Holderbank (H), le troisième au *ciment de laitier* (L).

Le béton était dosé, pour les trois prismes, dans la proportion de :

- 800 litres de „plaquettes” de porphyre de Quenast (5 à 20mm);
- 400 litres de „poussier” ” ” ” ” (sable artificiel de concassage);
- 300 kilog. de ciment.

L'eau de gâchage a été réglée de manière à réaliser la consistance de la „terre humide”, demandant par conséquent un damage énergique.

Les prismes ont été placés en expérience, 24 heures après leur confection, dans un local en souterrain traversé par une conduite de chauffage par la vapeur. La température a varié de 15 à 20°C, à part quelques pointes descendant jusque 11 ou montant jusque 22°.

Les éprouvettes reposaient sur leurs supports métalliques par l'intermédiaire d'une série de cylindres et de plaques de roulement en verre.

Les variations de longueur (1 mètre) ont été relevées, à peu près journallement, à l'aide de comparateurs à cadran gradués en 1/100 mm, placés à demeure.

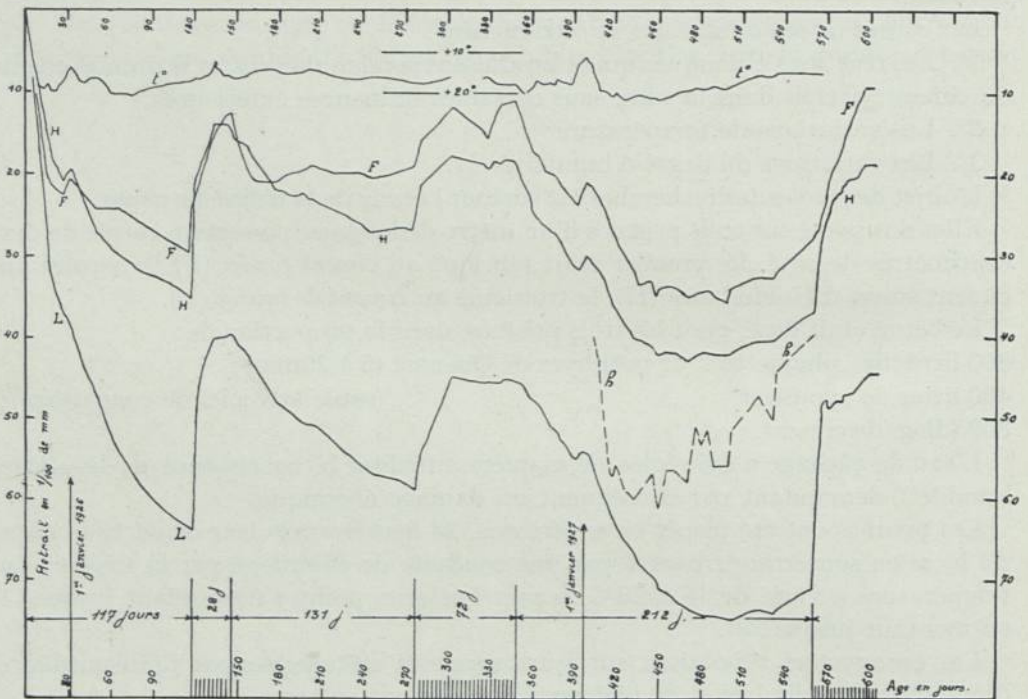
Les mesures ont porté sur une durée de 604 jours, divisée en six périodes :

- 1ère période de 117 jours, éprouvettes à l'air du laboratoire;
 2ème " " 28 " éprouvettes sous des toiles constamment humidifiées;
 3ème " " 131 " état de la 1ère période;
 4ème " " 72 " état de la 2ème période;
 5ème " " 212 " état de la 1ère période;
 6ème " " 47 " état de la 2ème période.

Si l'on en excepte les premiers temps pendant lesquels les réactions chimiques, produisant le durcissement progressif, ont pu avoir quelque influence, nous pensons que les contractions et dilatations sont dues à peu près exclusivement aux variations du degré d'humidité du béton. Les faibles écarts de température n'ont pu, en effet, affecter les mesures que par la différence entre le coefficient de dilatation calorifique du béton et celui des supports d'acier portant les comparateurs à cadran. On sait que cette différence est très faible.

Les Phénomènes observés sont représentés, dans leur allure générale, par les diagrammes ci-dessous.

RETRAITS ET DILATATIONS DE TROIS BÉTONS.



Les contractions du béton y sont portées en ordonnées verticales descendantes; l'échelle est graduée en $\frac{1}{100}$ de millimètre.

Les températures de l'air de la salle sont également en ordonnées verticales descendantes.

Le degré d'humidité (hygromètre à cheveu), relevé pour la 5ème période, est en ordonnées ascendantes.

Les temps sont portés par jours en abscisses.

La première période, 117 jours à l'air du laboratoire, est marquée par une contraction progressive des prismes atteignant, en 1/100 mm :

29,8	pour	le	béton	au	ciment	fond	(F) ;
35,2	"	"	"	"	"	"	d'Holderbank (H) ;
63,8	"	"	"	"	"	"	de laitier (L).

Des anomalies, difficiles à représenter par un dessin à petite échelle, se sont nettement marquées par des crochets de dilatation pour les bétons F et H, par un ralentissement de contraction pour le béton L. Elles correspondent exactement à une chute de température de 20 à 15° résultant de l'interruption du chauffage pendant les vacances de Noël 1925 (âge 23 à 31 jours).

La chute de température devrait au contraire provoquer l'exagération du phénomène de la contraction. On pourrait chercher à expliquer l'anomalie par une contraction du support métallique (portant l'appareil de mesure) plus grande que celle du béton. Nous croyons que la cause réelle est l'augmentation du degré hygrométrique de l'air, consécutive à la descente du thermomètre.

L'allure des diagrammes montre que le phénomène général de contraction n'est pas épuisé à la fin de la période de 117 jours.

La deuxième période, 28 jours à l'état humidifié, montre une dilatation extrêmement rapide des trois bétons, accomplie en grande partie pendant les quatre premiers jours. La marche du phénomène se ralentit ensuite.

Une chute de température, jusqu'à 13° (âge 133 jours) ne se marque nullement par une anomalie comme pendant la première période. Elle n'a pas d'effet sur l'état d'humidification des éprouvettes; cette remarque corrobore l'avis que nous avons exprimé précédemment.

Par rapport à la dimension initiale, la contraction s'est réduite de :

29,8	à	12,7	pour	le	béton	au	ciment	F ;
35,2	à	14,1	"	"	"	"	"	H ;
63,8	à	39,8	"	"	"	"	"	L.

La troisième période, 131 jours à l'air du laboratoire, se marque instantanément par une reprise du phénomène de contraction. Le changement de sens du phénomène qui se produit pour le béton au ciment F à l'âge de 175 jours, correspond à une période de forte humidité de l'air du local.

La contraction totale n'a, pour aucun des trois bétons, atteint la valeur qu'elle avait à la fin de la première période; cela indique sans doute un état de dessiccation moins avancé.

La quatrième période, 72 jours à l'état humidifié, détermine une dilatation moins

rapide que celle du début de la deuxième période. Cela résulte sans doute d'un point de départ à dessiccation moins complète.

La régression nettement marquée entre 308 et 328 jours correspond à une moindre humidification; la remise en activité du chauffage a amené la dessiccation des toiles recouvrant les éprouvettes, le phénomène de dilatation se reproduisit dès l'instant où l'eau fut ramenée en quantité suffisante.

La cinquième période, 212 jours à l'air du laboratoire, ramène le phénomène de contraction. Un crochet de dilatation s'accuse nettement pour les trois ciments à l'âge 393 jours; il est consécutif à la chute de température des vacances de Noël 1926, comme pendant la première période.

Dans le but de pouvoir fixer la cause de ces petites anomalies dans le phénomène général, nous avons noté, à l'aide d'un hygromètre à cheveu, l'état d'humidité de l'air de la salle en même temps que les indications du thermomètre et celles des comparateurs à cadran. Les pointes des courbes de déformation coïncident, avec une précision remarquable, avec celles de la courbe hygrométrique. Il n'est donc pas douteux que les variations de longueur, traduites par les diagrammes, ont comme cause à peu près exclusive les variations d'état hygrométrique du milieu; bien plus, le premier phénomène suit le second pour ainsi dire sans retard.

La plus grande contraction, par rapport à l'origine, vaut, en 1/100 de mm:

36	pour le béton au ciment F, soit	0,00036;
43	" " " " " H, "	0,00045;
75,5	" " " " " L, "	0,000755.

Ces chiffres seraient atteints bien plus rapidement, et certainement dépassés, dans un air qui pourrait devenir plus sec que celui d'un local en souterrain.

La sixième période, à l'état humidifié, débute par une dilatation brusque des trois prismes. Le phénomène s'accomplit dans presque sa totalité en 10 jours pour le béton L, moins rapidement pour les deux autres.

La dilatation maximum correspond à une contraction totale, par rapport à l'origine, réduite à environ:

9	pour le béton F;
19	" " " H;
45	" " " L.

Les indications de l'hygromètre n'ont naturellement plus de signification dans cet état d'humidification des pièces d'essai.

Conclusions. — 1. Dans ces essais, les variations de volume produites pendant les 24 heures qui ont suivi la fabrication du béton, c'est-à-dire pendant la période de prise du ciment, n'ont pas été relevées.

2. Les variations de longueur enregistrées dans nos essais sont dues à peu près exclusivement aux variations du degré d'humidité du béton.

3. La contraction par perte d'eau se produit avec une rapidité d'autant plus grande que l'on part d'un état plus mouillé du béton. Inversement, la dilatation par humidification se produit très rapidement dans un béton arrivé à un état avancé de dessiccation.

4. L'intensité du phénomène physique déterminant ces alternatives ne paraît pas s'atténuer avec l'âge du béton.

Dans les conditions de nos expériences, qui peuvent se retrouver dans bien des cas de la pratique, on peut s'attendre, du seul fait de la dessication, à des contractions atteignant 0,00036 à 0,00075 suivant la nature du liant. Dans la suite, les alternatives peuvent représenter une fraction importante des chiffres précédents.

5. Les phénomènes sont sans doute régis par les mêmes lois, mais avec des intensités différentes, pour d'autres dosages, d'autres teneurs en eau de gâchage, d'autres conditions de durcissement.

6. Il serait prématuré de formuler, au sujet du ciment de laitier, une conclusion générale résultant de la comparaison de son diagramme à ceux des deux autres ciments.

DISCUSSION

M. FÉRET, Boulogne

Comme M. Rabozée l'a d'ailleurs signalé dans ses conclusions, la cause principale des variations de volume observées est la différence des conditions hygrométriques. Il est probable que c'est là une propriété générale de la matière, et il serait intéressant de faire des essais analogues avec des pierres de diverses natures. Quant aux variations de volume, résultant du durcissement progressif du ciment, elles ne peuvent être mises en évidence que par des expériences exécutées dans des conditions telles que l'état hygrométrique du milieu reste constant. C'est seulement ainsi qu'on pourra comparer les variations de volume de mélanges de diverses compositions ou faits avec des ciments de diverses natures.

EXAMINATION OF REINFORCED CONCRETE STRUCTURES NEAR THE SEA IN THE DUTCH EAST INDIES

by

C. WOLTERBEEK

Engineer of the Rijkswaterstaat, Zutphen.

In the Java-sea near Tandjong Priok several little isles form a barrier for the bay of Batavia. One of these isles bears the name of "Unrest", and has honoured this name in the youngest time by bringing unrest about the behavior of reinforced concrete.

On the isle "Unrest" exist several structures of reinforced concrete showing deficiencies of an earnest character. In the beginning not too much attention was paid to these defects; Unrest is a remote place and it was probable, that the execution of the concrete would have been not at all faultless. As however in 1921 and 1922 the same signs of deterioration began to prevail in Tandjong Priok in godowns and structures, which were built under special supervision by the best technical companies, the owners of concrete buildings grew scared by the example of Unrest.

It has been at that time, that the Government of the Dutch East Indies on the initiative of Prof. Klopper, Rector Magnificus of the technical University of Bandung, appointed a commission of 4 engineers to inform the Government about the conditions, which prevail for reinforced concrete near the sea in the Dutch East Indies, the dangers which threaten its durability and the remedies to be recommended against those dangers. Chairman of this commission was the Engineer A. A. Meyers, head of the section Harbours of the Department of B. O. W.; members were professor Klopper, professor van Alphen de Veer and engineer Maas, agent in India of the Hollandsche Beton Maatschappij. The latter was succeeded in 1923 after his leaving Java by engineer de Ronde Bresser and afterwards by the speaker.

This commission began its task by inspecting the principal structures of reinforced concrete near the sea on Java. In the report in chapter C a description is given of several of these structures and the deficiencies observed. I cannot here give you an enumeration of all these structures; the commission gives in Chapter C of its report a description of the prevailing defects. These were almost exclusively due to the rusting of the reinforcement. Signs of a chemical attack of the concrete by the sea were practically speaking not found at all and in no single case was found from

this cause any serious damage to result. There was found a considerable cracking and splitting off of fragments of concrete. In the godowns at Tandjong Priok the first sign observed, was always a little crack just above the place, where a reinforcement bar could be situated. Gradually the crack grew more distinct and after a time little pieces of concrete were chipped off.

I will now show you a few pictures, in the first place of the reinforced concrete disasters of "Unrest".

This is a concrete staircase and floor in an old barrack on Unrest, designated to be a quarantine — hospital.

The isle of Unrest was used as a quarantine place for the hadjee's returning from Mecca, who were to be desinfected on Unrest. Usually an old installation was used the new installation being not practical. The quarantine — hospital was never put into use. And so nothing was done for the maintenance of these buildings. The isle of Unrest is very small and has on its coasts a powerful surge, so the wind can carry the salt of the sea over the whole isle.

The concrete, you see here was constructed in the years 1912—1913, this foto is from 1924. The concrete is cracked, as you can see, and the iron bars are rusted to such a degree, that it was supposed dangerous to walk on it, so it was necessary to shut off the staircase by a wire, as you see here, to prevent accidents. The sea is very close to this staircase, we found the concrete, the iron and all in the neighbourhood covered with salt.

(2) Here you see a floor of the desinfecting building; it partly already has collapsed.

(3) Here you see the same floor from beneath. You see how the iron bars of $\frac{5}{8}$ inch are reduced to nought.

In the well-known book of Probst „Vorlesungen über Eisenbeton", we read on page 234 Erster Band, 1923: „Schlieszlich soll besonders hervorgehoben werden, dasz bisher kein fall bekannt geworden ist, wo selbst bei starken Rissebildungen im Beton die Eiseneinlagen vom Rost soweit angegriffen wurden, dasz eine Gefahr für den Bestand eines Bauwerkes entstand". Yet there are exceptions. Probst pays more attention to the problem of the rusting of iron in concrete than do most other books, but as you see, here is an example of a collapsed floor.

This picture shows you the interior of a godown in Tandjong Priok and here you see how a chip of concrete is squeezed off in a manner, characteristic for the whole trouble. You see here, on the foto indistinctly, the creak showing the situation of the rusted reinforcement; after a time more chippings will gradually be pushed off.

On this picture you can see also something of the repairing business, as it was executed afterwards by the Hollandsche Beton Maatschappij. The undersides of the rusted reinforcings were laid open by flaking off the concrete by means of light pneumatic chipping hammers, thereupon the whole underside was cleaned by the sand-blast and than gunite was brought over it in two or three thin layers.

(5) The following picture gives you a view under the jetty of Ambon. This jetty consists of a heavy reinforced concrete deck, supported by a great many reinforced

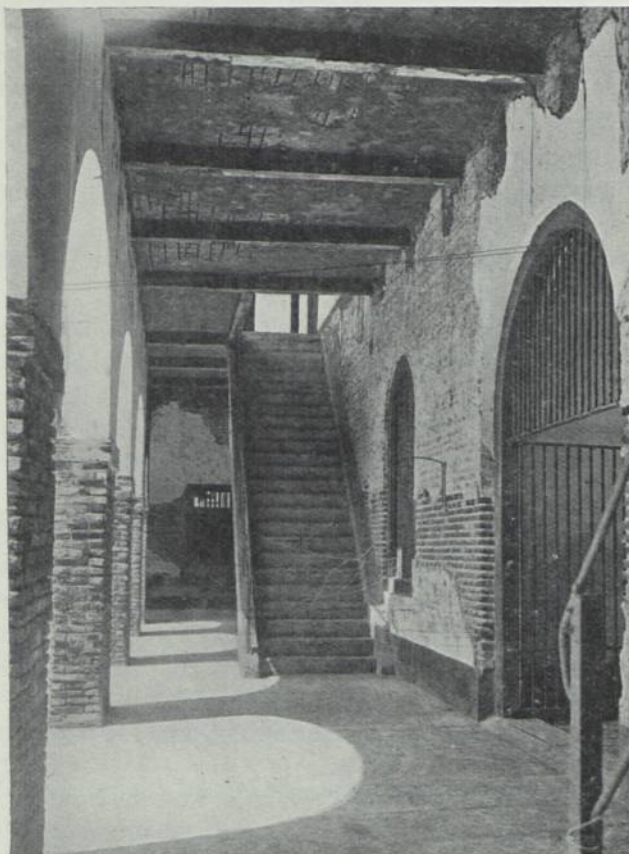


FIG. 1



FIG. 2

concrete piles. (As you can see on the picture the whole construction suffered of a heavy attack of rusting.) You see that large fragments of concrete have been squeezed off by the increasing in volume of the corroding iron. On the piles the concrete was partly coloured brown by the iron-rust gone in solution; under the line of about high water this colour disappeared and there cracks could no longer be found. Under the line of low water the concrete surface is entirely grown over by shell-fish and seaweed; this forms probably a dense enclosure over the concrete.

We found also in this case, that the concrete above the waterline at the underside of the deck contained in the outside layer very much natrium chlorine, more than one per cent by weight. This percentage however diminished rapidly by going from the outside of the concrete to the interior.

In connection with the foregoing picture I can show you the manner of repair, adopted for this structure. It was judged to be necessary to remove all the outside concrete containing so high a percentage of salt. This was done by pneumatic hammers; the reinforcing at the underside was entirely set free; at several places there were found bars, broken in consequence of the rust-attack. The total volume of concrete chipped off was considerable, for it proved necessary to take away all the concrete round the bars seriously affected by rust. The men with the chipping hammers were ordered to go on chipping away the concrete at all places, where the concrete was weak and gave way without difficulty. Where the concrete was hard and difficult to remove it was however not necessary to go on any deeper. So the deficiencies of the concrete came out by themselves and it was remarkable, how the course of the stopping planes outlined itself everywhere with unquestionable distinctness.

The description of the attacked reinforced concrete structures is followed in the report of the commission by some general observations, made by the examination of the practice.

The first of these general observations is, that under a level between high water and low water no deterioration whatever was observed. The attack is not severest between low water and high water- as sometimes is supposed — but the most serious rusting begins above high water. The zone above high water, accessible for direct wetting by sea water, seems to be the most dangerous zone.

Surfaces of concrete, which were covered with asphalt, or which were protected in any other efficient way, showed in general no attacks of rusting.

In many cases it was found, that the composition and the execution of the concrete had suffered from serious deficiencies. Especially it was found, that the use of aggregate, containing sand and gravel, not separated, had led to the use of too much sand and too little gravel. Regularly the influence of the stopping planes was found; many times the rusting just occurred in what proved to be the end of the slanting concrete-tongue, which had flowed out during the pouring. Though the building-accounts mentioned invariably the prohibition of using salt water for mixing the concrete; it turned out, that in some cases sea water was used for the wetting of con-

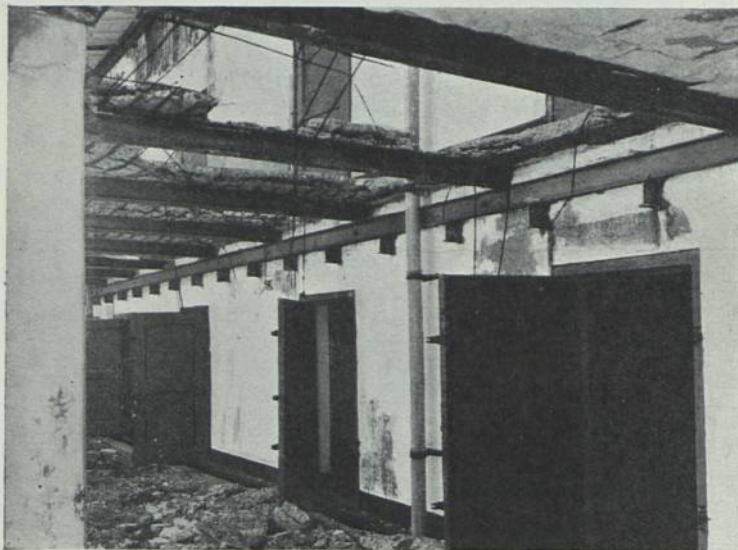


FIG. 3

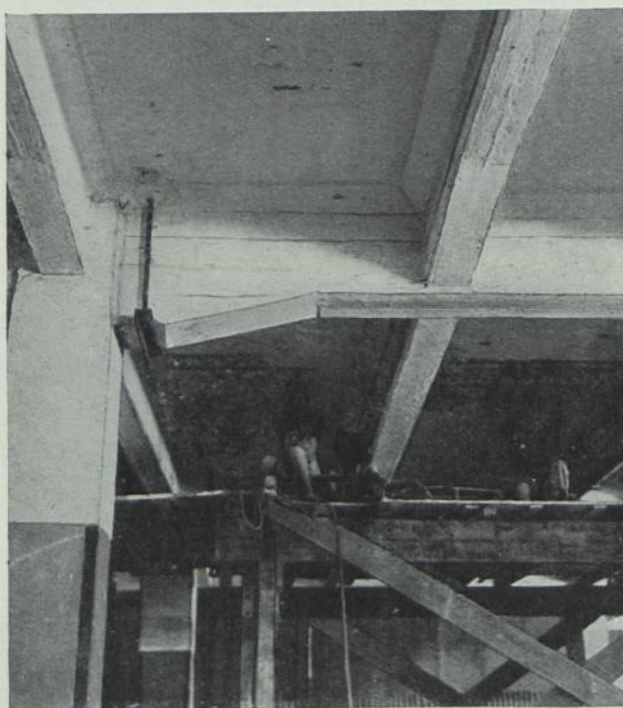


FIG. 4

crete after its being put in place. By using sea water for wetting it is possible to bring into the concrete a considerable amount of salt, which can grow even much higher than the amount of salt, resulting from mixing with sea water.

Another defect, found at many buildings was the very small distance between the outside of the concrete and the reinforcing. In many cases the reinforcing was obviously not properly supported, when the concrete was poured in. The stirrups of the beams were also in many cases not bent exactly on the proper width and came so too near to the outside face of the beam.

Though many of these wrong building practices have had bad consequences and undoubtedly the whole trouble without these would have been much less serious, it would nevertheless be wrong to explain the whole rusting affair exclusively by these building faults. There were examples of good concrete too, deteriorated obviously by the unfavourable conditions, in which it was situated and not by the faults of its manufacture.

A very special attention was paid to the connection between the appearance of rust and the presence of little cracks. By many authors about reinforced concrete we find the meaning, that there exists a narrow connection between the presence of cracks and the possibility of rusting in this way, that the rusting should be possible only at those places where little cracks in the concrete give accession to the metal for air and moisture. The American investigators Whig and Ferguson have already denied this statement; they declared that structural cracking could not be the fundamental cause of the trouble, but that the reinforcing corrodes first and that this causes the concrete to crack. This is also, what we observed.

In most cases a crack was found in the same direction as the underlying reinforcing; there were examples that the places of the reinforcing could be foretold for the whole ceiling by the system of visible cracks. Those cracks must have been secondary to the corrosion. In places where the trouble was less serious the number of cracks was much less. When we followed there a crack along its line of reinforcing as far as was possible, and we chipped off the concrete still a little farther, we found that the rusting had already proceeded farther than the crack could be discovered. The cracks across the direction of the reinforcing, not due to the underlying cross-reinforcing were in general of very little importance and could impossibly be held responsible for the whole rusting trouble. For the careful examiner therefore no doubt was possible; it could not have been the outer conditions as the presence of cracks, that were the primary cause: the cracking was only a secondary consequence. The primary cause prevailed in the concrete itself and could be understood only by a further research into the chemical conditions, existing in the concrete in the vicinity of the rusting reinforcing.

This research was undertaken by the commission. Six structures were chosen as representative for the different causes of the trouble and from each of these structures sixteen samples of concrete, each not too small, were cut out and sent to the laboratory of the Public Works in Bandoeng, the head of which laboratory, professor van Alphen de Veer, was a member of the commission.

These samples of concrete have been examined in the laboratory in many respects.

In the first place was determined for every sample the percentage of sodium

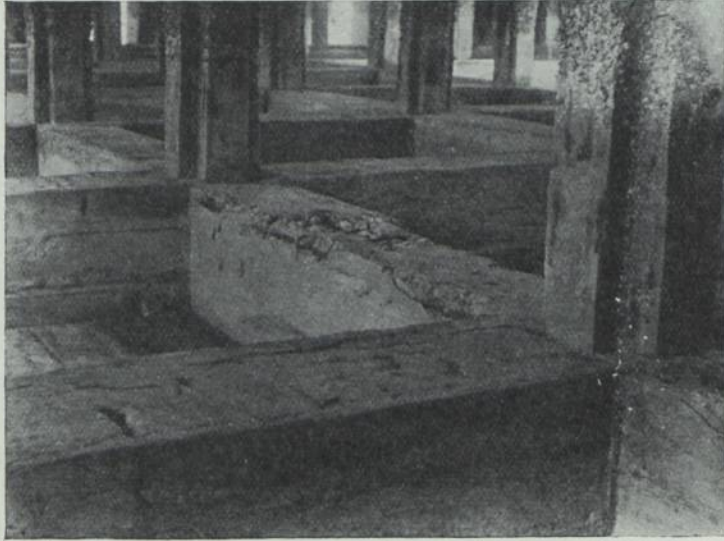


FIG. 5



FIG. 6

chlorine, which it contained. In ordinary concrete, mixed with soft water, a notable percentage of sodium chloride cannot be present. In many samples however a

percentage of natrium chlorine was found, much higher than even could result from mixing with salt water. The salt was never divided regularly throughout the concrete; in most cases at the outside face of the concrete the amount of salt was highest, while it decreased gradually to the interior. I mentioned already the practice of wetting fresh concrete with sea water, but also this practice could not be held responsible for most of the salt in the concrete.

The highest percentages of salt were found at the undersides of concrete decks situated above sea water, such as the deck of the jetty of Ambon of which I showed you a picture. This concrete can be wetted by the waves, while in the same time the upper side is heated by the burning Indian sun. In consequence the top of the concrete dries out rapidly and the pores of the upper concrete absorb the water from the wetted concrete at the underside. This continuous evaporating of water at the top and absorbing of water from the bottom causes a regular movement of water through the concrete. But the water, that enters at the underside contains salt and the water, that evaporates at the top contains no salt; the salt remains behind in the pores. It is clear, that in this way, as the years go on, a very important amount of salt can come into the concrete. The concrete at the underside of the jetty of Ambon contained rather more than 1 per cent by weight of salt; in the jetty of the isle of Kuyper — a small isle next to Unrest — there were found samples concrete containing 6 per cent of natrium chlorine.

A second test, made in the laboratory at Bandoeng with each of the samples concrete from the structures, was the determination of its alkalinity. This was done by taking one gram fine divided mortar from the sample and this gram mortar was shaken with 100 gram distilled water. The water was filtered away and new water was added till 250 cubic centimeter solution were obtained. This solution was mixed with one tenth normal sulphuric acid with phenolphthalein as indicator. The figures for the phenolphthalein alkalinity found in this manner varied from 71 for a good alkalinity to so low a figure as 3.

There were made some more tests such as the determination of the porosity and the content of carbonic acid. Also the percentage of weight, lost by heating the samples, was determined. But the results of these tests were not very reliable with regard to the purpose of the research. The principal information was obtained from the determination of the salt content and the alkalinity.

It was not possible to obtain absolute values for the salt content and the loss of alkalinity in connection with the danger of rusting. There were examples with high salt content and nevertheless not rusted reinforcing; there were also samples with a low alkalinity and not rusted reinforcing. The relations are not so simple as to permit the pointing out of a direct and general law. Still the research gave in so far positive results, that it was found that for all the examined structures the salt content had a higher average for the samples concrete taken in the vicinity of rusted reinforcing than for the other samples; besides for the first samples was found an average alkalinity much lower than for the last ones. There does not exist a fixed figure for the alkalinity below which rusting must set in; but in general the data

of the figure test warrant the conclusion, that the rusting of the reinforcing was stimulated as well by a high salt content as by a low alkalinity.

Though the influence of the salt content was striking, there were also samples with high salt content taken above not rusting metal. These samples were taken from places, where the concrete remained permanently wetted with water. We have seen already it is absolutely necessary, when scrutinizing the rusting-problem, to begin with the discrimination between concrete remaining always wet and concrete, gradually drying out.

The practice has shown that concrete under the water line protects the iron in it against rusting. It is possible, that gradually the content of natrium chlorine rises near the outside of the concrete to an appreciable amount, but obviously this salt causes no harm. This fact agrees with the result of tests, showing, that an iron bar will rust earlier in soft water than in a ten per cent solution of natrium chlorine. The influence of the neutral salt on the degree of alkalinity, necessary to prevent rusting, may exist but probably is negligeable. As it is, the presence of salt seems of little interest for concrete remaining always under water with regard to the rusting problem. However it should be acknowledged, that the number of by our commission examined samples of concrete, which remained for several years below the sea-level, was only small and insufficient to warrant properly founded conclusions.

For the concrete above the water-line the observations seemed to indicate a very active part for the salt content. In many cases the rusted reinforcing was found in the vicinity of concrete with a high salt-content. If we want to know how the presence of salt changes the properties of the concrete, we find however little direct influence on the alkalinity and the chemical proportions, which determine the possibility of rusting. Probably therefore the presence of salt is only of secondary importance; the salt is not so much the cause of the desintegration but indicates the way which has led to the desintegration. The presence of the salt demonstrates, that the concrete has been submitted to different changes in its composition, which can be explained only by the movement of considerable quantities of water through that concrete. This incessant movement of water through the hydrated cement must have resulted in the decreasing of the amount of free calcium hydroxide and the alkalinity.

Though the part of the salt may be theoretically only secondary, its influence can be as a matter of fact important enough. It is generally known, that salt in the presence of water and oxygen is an active corroding agent, and accelerates considerably the rapidity of the rusting process. Besides the rusting can proceed only efficiently if enough water is present in the concrete which must be on the whole in a drying out condition; this water can be procured by the hygroscopic qualities of the natrium chlorine in circumstances, where a direct wetting is not possible.

The most important observation with regard to the rusting process is undoubtedly the loss of the alkalinity. It must be acknowledged that the data of our tests are still indefinite in many particular cases, while the number of tests was insufficient for supporting a general law of such obvious importance. But undoubtedly the

tendency of the alkalinity-figure was to decrease with the increasing of the rusting. Striking was also the fact, that in all cases the alkalinity decreased importantly with the age of the structure, though the degree of this diminution was unequal for the different structures and varied too with the places from which the samples were obtained.

The decreasing of the alkalinity of the concrete with the age will not have always serious consequences. That will be only the case, when the concrete with decreased alkalinity is exposed to repeated wetting, for the rusting can be serious only in the presence of water. The characterizing condition is probably this presence of water in concrete, which in general is in a drying out condition. When only the alkalinity is low, but no further penetrating of fresh water is to be apprehended, there is a good chance that the iron will remain in its passive condition in spite of the low alkalinity. When portland cement is hydrated with water, calcium hydroxide is freed, but in very finely divided particles remaining in the pores of the hydrogel. If this hydrogel looses gradually its water there must go on an inner shrinkage in the pores of the gel and this shrinkage makes the caustic lime more accessible.

Hydrated cement, accessible for fresh water, looses its calcium as the tests of Haegermann, described in the German periodical "Zement" 1922 No. 33 and following, have shown. But therefore it is necessary in the first place, that the calcium is accessible and in the second place, that continuously fresh water is added.

In ordinary concrete, which is shielded from high temperatures, the water, bound as stagnated layers on solid surfaces, prevents the circulation through the voids of the concrete.

The high temperatures in India however, especially were the concrete is exposed to the direct radiation of the sun, make it possible that part of the water of the stagnated layers will get lost in the long run. If afterwards the concrete is wetted again the penetrating water in the beginning will find enough calcium hydroxide but afterwards a greater part of this calcium hydroxide has been altered already in insoluble calciumsalts and fresh penetrating water will after years not meet enough calcium hydroxide to give it a sufficient alkalinity.

To be exposed successively to drying out and wetting again is for all concrete an unfavourable condition. In the temperate zones however it seems that also in these conditions the growing old of the concrete, that is the losing of the alkalinity, does not proceed in too fast a manner. Probably the difference lies especially in the rigour of the drying out conditions, which can occur in the tropics; it is probably the burning of the tropical sun on the unprotected surface of the concrete day after day, that causes the concrete over there growing old faster.

About the precautions to be taken against the danger of the rusting of the reinforcing the commission recommends in the first place to make the concrete as dense as possible, In dense concrete the preservation of the alkaline qualities of the cement is best insured. The proper gradation of the aggregate, the quantities of cement and mixing water, necessary to procure a good workable concrete with a

minimum of voids require no discussion here, only I should mention, that our commission judged necessary for maritime works in the tropics an amount of at least 400 K.G. cement per cubic metre concrete in the structure.

In the second place the concrete must not be designed in too small dimensions; for only big dimensions warrant stable chemical conditions in the interior of the hydrated cement. The distance between the reinforcing and the outside of the concrete should be at least 3 c.M. everywhere.

In the third place the surface of the concrete exposed to all weather and the sea must be protected as much as possible against drying out by shielding it from the heat of the sun; besides it must be closed to prevent the penetration of water. To find the proper mood of surface coating which answers to these conditions and is permanent, is a study in itself, provisionally omitted in the report from our commission.

While about the disintegration of the concrete itself by the chemical attack of the sea water nothing serious was found, it was not necessary to give any specifications for the composition of the cement.

The conditions for reinforced concrete are in the tropics undoubtedly more severe than in the temperate zones. Most of the chemical actions progress by high temperatures much faster than by low temperatures. So the growing old of concrete with the loss of its alkalinity will progress in the tropics much faster than here.

However, the same forces are at work also in our countries, and we should carefully follow their progress. A further research in the laboratory, in chemical sense, not of concrete of short age, but of concrete, aged in the practice, cut out the buildings and structures, exposed to all weather and the sea, in a close collaboration between practice and research, is necessary for the ultimate clearing of our knowledge about the passivity-problem of iron, wrapped in concrete.

DISCUSSION

Ing. A. Poulsen, Copenhagen.

M. Wolterbeek est d'avis, qu'il est possible de faire son béton d'une surface imperméable.

Je ne le crois pas. Au reste M. Probst aussi nous a assuré aujourd'hui (Nr. B₁), qu'avec des enduits au moins ce n'est pas possible.

C'est que les actions chimiques par mouvements moléculaires procèdent même, quand il ne se fait pas un mouvement réel de l'eau par la surface, et ainsi la chaux du ciment sera extraite, au-dessous des marées aussi, et le fer sera exposé à la rouille.

J'ai fait des expériences de 20 ans, dont j'ai rapporté aux Congrès des Matériaux antérieurs. Ils montrent avec évidence, que le béton à l'eau de mer est détérioré

pendant moins de 20 ans, non seulement dans les marées, mais aussi tout à l'abri des marées.

Pour les messieurs, qui le désirent, je peux encore disposer de quelques exemplaires de ma communication.

Je crois, qu'il faut se servir de Pouzzolanes, pour s'assurer le mieux dans l'eau de mer.

BETON IM MEERWASSER

von

DR. RICHARD GRÜN
Düsseldorf

INHALTSÜBERSICHT

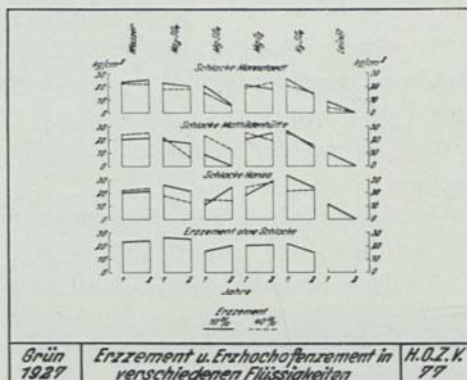
- A. Auswahl eines geeigneten Bindemittels.*
 - I. Ersatz der Tonerde.
 - II. Herabminderung des Kalkgehaltes.
 - III. Bindung des Kalkgehaltes durch
 - a.* Zusatz von Puzzolane,
 - b.* Abstimmung der Module.
- B. Abschluss des Betons.*
 - I. Herstellung sehr dichten Betons.
 - a.* Korngrössenwahl.
 - b.* plastische Verarbeitung.
 - II. Stehenlassen an der Luft.
 - III. Tränkung des Betonkörpers mit kalkbindenden Stoffen.
 - IV. Putz- oder Klinkerverblendung.
 - V. Anstrich mit Bitumen.
- C. Normenaufstellung.*
 - I. Für Schutzmittelprüfung.
 - II. Für Meerwasserzement.
- D. Zusammenfassung.*

Bei der Herstellung von Beton, welcher Meerwasser und anderen aggressiven Wässern widerstehen soll, sind 2 Punkte als besonders wichtig zu beachten, denn sie sind ausschlaggebend für die Beständigkeit des Betons in aggressiven Lösungen, nämlich:

- A.* die Auswahl eines geeigneten Bindemittels und
- B.* vor allen Dingen Abschluss des Beton-Innern gegen das aggressive Wasser.

Das den Beton zerstörende Calcium-Aluminiumsulfat besteht aus:		Die Beständigkeit des Betons wird also erreicht durch:	
A. aus dem Wasser	Aluminium-oxyl	I. Ersatz der Tonerde durch Flusssand-Flusssand	
	Calcium-oxyl	II. Herabminderung der Keilgewirktheit Tonerdezerreuer	III. Bindung des Keil-gewirktes durch a. Puzzolanerzatz zum Portlandzement b. Ausfüllung der Abstände der Portlandzementkörner
B. aus dem Meerwasser	Sulfat		B. Ausschluß des Betons von dem Sulfidion durch I. Herstellung dicht Betons II. Streifenkissen an der Luft III. Imprägnierung mit Fluoriden IV. Kalkverbindung V. Bitumenanstrich
	Grün 1927	H.O.Z.Y 76	

TAFEL 1 Wirkung des Meerwassers und Wege zur Aufhebung der schädlichen Wirkung



TAFEL 2 Zugfestigkeiten von Erzement, Hochofenzement aus 10% Erzement und 90% Schlacke und Hochofenzement aus 40% Erzement und 60% Schlacke mit jeweils 2% Gips in Wasser, Lösungen von MgSO₄ (10%), Na₂SO₄ (10%), MgCl₂ (10%), H₂SO₄ (2%) und Leinoel

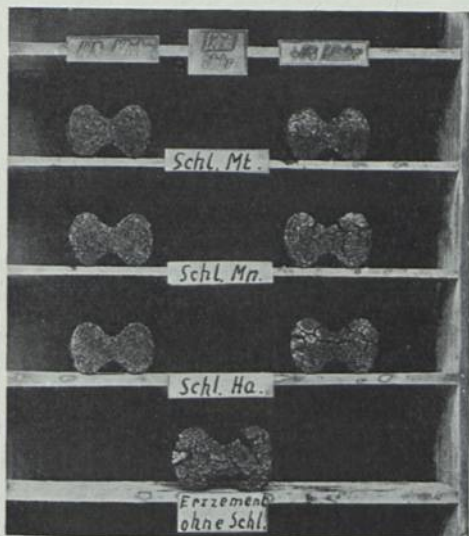


BILD 3. Zugkörper der Tafel 2 aus Erzement und Erzhochofenzement nach 2 jähriger Lagerung in 10% iger Na₂SO₄ Lösung

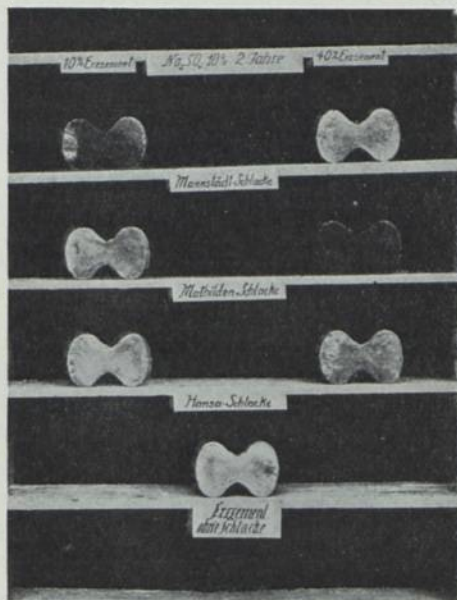


BILD 4. Zugkörper der Tafel 2 aus Erzement und Erzhochofenzement nach 2 jähriger Lagerung in Leinoel

A. AUSWAHL EINES GEEIGNETEN BINDEMITTELS

Bei der Zerstörung des Betons durch das Meerwasser spielt die Bildung von Calcium-Aluminiumsulfat und Gips eine erhebliche Rolle. Dieses Calcium-Aluminiumsulfat bildet sich aus

der Tonerde des Zementes, dem Kalk des Zementes und dem Sulfat des Meerwassers.

Um seine Bildung zu verhindern sind drei Wege möglich: (TAFEL 1)

- I. Ersatz der Tonerde im Zement durch das harmlose Eisenoxyd: Erzzement.
- II. Herabminderung des Kalkgehaltes des Zementes: Tonerdezement.
- III. Zurückdrängung der Bildung von freiem Kalk im Beton durch:
 - a) Zusatz von Puzzolane,
 - b) geeignete Abstimmung der Module des Portlandzementes.

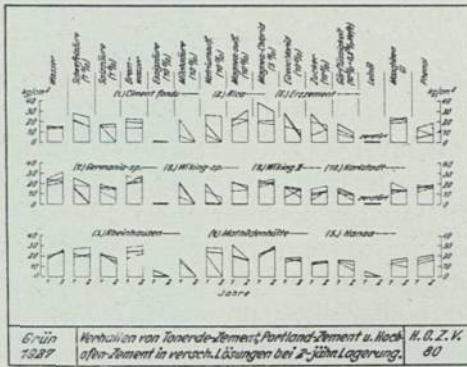
I. ERSATZ DER TONERDE IM ZEMENT DURCH EISENOXYD

Den Weg des Ersatzes der Tonerde durch Eisenoxyd hat bereits Michaelis ¹⁾ beschrieben und den Erzzement geschaffen. Dieser unterscheidet sich von einem gewöhnlichen Portlandzement dadurch, dass der grösste Teil der Tonerde durch Eisenoxyd ersetzt ist. Ein Nachteil sind aber bei Erz-Zementen, die sehr viel Eisen enthalten, die geringen Anfangsfestigkeiten. Einen Überblick über die Beständigkeit des Erz-Zementes gibt Tafel 2. Aus dieser Tafel ist nicht nur das Verhalten des Erz-Zementes allein, sondern auch einer Mischung desselben mit Puzzolane, nämlich mit Hochofenschlacke, zu ersehen. Der Kurvenverlauf zeigt, dass besonders diese Kombination Erz-Zement + Puzzolane salzwasserbeständige Zemente zu geben verspricht. Eine Ergänzung der Kurven geben Bild 3 und 4, welche das Verhalten des Erz-Zementes mit und ohne Zusatz von Hochofenschlacke zeigen. Ausdrücklich sei aber hier betont, dass von dem Aussehen in angreifenden Lösungen gelagerter Probekörper *allein* nicht auf die Bewährung des Zementes geschlossen werden darf, denn sehr häufig haben einerseits stark korrodierte Betonkörper noch gute Festigkeiten, während andererseits in anderen Lösungen völlig unveränderte Probekörper gar keine Widerstandsfähigkeit gegen Zug und Druck mehr haben können.

Es ist zu hoffen, dass auf diesem, jetzt leider wenig begangenen Weg der Erzzementverwendung mit Puzzolanzusatz fortgeschritten und auf diese Weise zu hochsalzwasserbeständigen Zementen gelangt wird; denn die Festigkeiten der Erz-Zemente lassen sich noch verbessern, wenn der Eisengehalt nicht zu hoch getrieben wird.

II. HERABMINDERUNG DES KALKGEHALTES DES ZEMENTES

Aber nicht nur durch Ersatz eines Teiles der Tonerde des Zementes durch Eisen kann man zu sulfatbeständigen Zementen kommen, sondern auch dadurch, dass



TAFEL 5. Verhalten von Tonerdezement (Ciment fondu u. Alca Zement) Verhalten von Erz-Zement. Verhalten von hochwertigem Portlandzement (Germania, Wicking). Verhalten von normalem Portlandzement (Wicking, Karlstadt). Verhalten von Hochofenzement (Rheinhausen, Mathildenhütte, Hansa) bei zweijähriger Lagerung in Schwefelsäure 1 %, Salzsäure 1 %, Bromwasser, Essigsäure 10 %, Milchsäure 10 %, Natriumsulf. 10 %, Magnesiumsulf. 10 %, Magnesiumchlorid 5 %, Eisenchlorid 10 %, Zucker 10 %, Gärflüssigkeit, Maschinenöl, Phenol

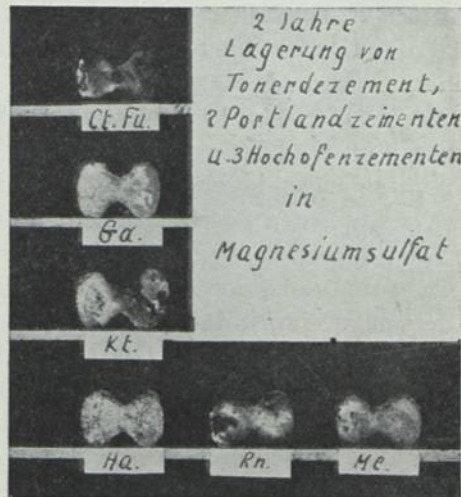


BILD 6. Aussehen der Körper Tafel 5 nach 2 jähriger Lagerung in 10 %iger Magnesiumsulfatlösung:

Ct. fu. Tonerde-Zement
 Ga. Kt. Portlandzement
 Ha. Rn. Me Hochofenzement

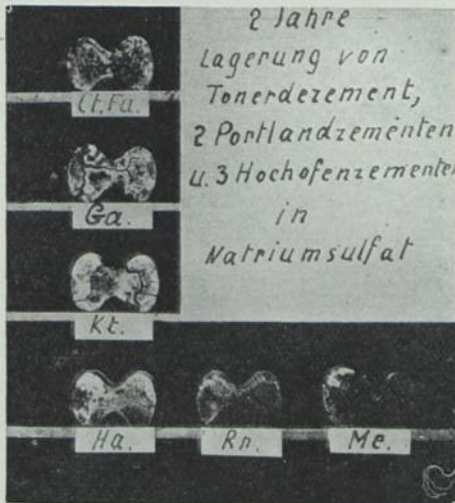


BILD 7. Aussehen der Körper Tafel 5 nach 2 jähriger Lagerung in 10%iger Natriumsulfatlösung:

Ct. fu. Tonerdezement
 Ga. Kt. Portlandzement
 Ha. Rn. Me. Hochofenzement

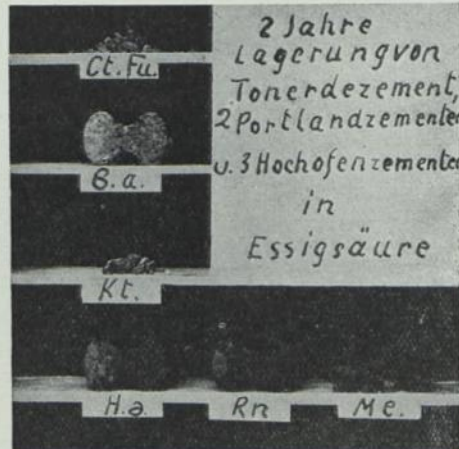


BILD 8. Aussehen der Körper Tafel 5 nach 2 jähriger Lagerung in 10% iger Essigsäure:

Ct. fu. Tonerdezement
 Ga. Kt. Portlandzement
 Ha. Rn. Me. Hochofenzement

man den Kalkgehalt möglichst weitgehend herabmindert. Man kommt so zu den Tonerdezementen, die nur noch 40% Kalk enthalten und ihren Namen dem hohen Tonerdegehalt von 50% verdanken.

Die hohen hydraulischen Eigenschaften der Kalkaluminat, die den Tonerdezement bilden, wurden schon 1856 von Winkler ²⁾ entdeckt und die Bedeutung des Tonerdezementes bereits 1865 von Fremy ³⁾ erkannt, der sie schon damals anstelle des vergänglichen Portlandzementes für Meerwasserbauten empfahl. Tatsächlich ist Tonerdezement gegen den schädlichsten Bestandteil des Meerwassers, das Magnesiumsulfat, ausserordentlich beständig. Soweit sich bis jetzt übersehen lässt, ist er der magnesiumsulfatbeständigste Zement. Auch in Schwefelsäure bewährt sich Tonerdezement noch gut, seine Beständigkeit in anderen Salzlösungen ist aber gar nicht so unbestritten, wie es häufig aus Analogieschlüssen heraus für andere Flüssigkeiten behauptet wird. So habe ich bei Lagerung in Milchsäure und Essigsäure nach kurzer Zeit Zerstörung, bei Lagerung in Eisenchlorid, Zucker und Gärflüssigkeit nach 2 Jahren Herabsetzung der Festigkeiten, bei 2-jähriger Lagerung in Magnesiumchlorid, Salzsäure und Bromwasser keine bemerkenswerte Schädigung, dagegen bei Magnesiumsulfat Wachsen der Festigkeiten festgestellt. Natriumsulfat zerstörte bemerkenswerter Weise den Tonerdezementbeton unter Treiberscheinungen. Tafel 5 zeigt die gefundenen Ergebnisse. Bemerkenswert ist die gegenüber Portlandzement und Hochofenzement hohe Beständigkeit des Tonerdezementes in Magnesiumsulfat, im Gegensatz hierzu seine Empfindlichkeit gegen manche andere Salze und Säuren, die grösser ist als diejenige der anderen Normzemente. Die Bilder 6—9 ergänzen auch hier wieder die Kurventafeln.

Alca-Zement aus Deutschland und Tonerdezement aus Lafarge verhielten sich etwas verschieden. Es scheinen also auch Unterschiede zwischen den einzelnen Tonerdezementen zu bestehen. Wichtig ist in diesem Zusammenhang die Tatsache dass Tonerdezement nicht mit Meerwasser angemacht werden darf, während bekanntlich diese Arbeitsweise bei den anderen Normzementen unbedenklich angewendet werden kann. Auch bei höheren Temperaturen ist Vorsicht geboten, da Tonerdezement diese bei Flüssigkeitslagerung schlecht verträgt. Nach allem ist gut hergestellter Tonerdezement ein gegen Magnesiumsulfat und manche andere Salze widerstandsfähiges Bindemittel, dessen Eigenschaften in anderen Salzlösungen aber noch einer eingehenden Aufklärung bedürfen.

III. ZURÜCKDRÄNGUNG DER BILDUNG DES FREIEN KALKES IM BETON DURCH:

a. BINDUNG DES KALKES DES PORTLANDZEMENTES AN PUZZOLANE

Der zur Schaffung sulfatbeständiger Zemente mögliche dritte Weg, nämlich die Bindung des freien Kalkes im Zement durch Zugabe reaktionsfähiger Puzzolane, wie Trass und Hochofenschlacke, ist länger bekannt als der Portlandzement selbst. Schon Smeaton ⁵⁾ hat beim Bau des Eddystone-Leuchtturmes 1756 diesen Puzzolanzusatz empfohlen und angewendet. In der Folge haben viele andere Forscher,

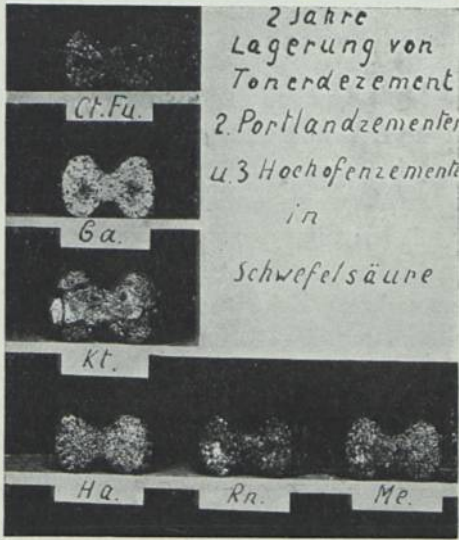


BILD 9. Aussehen der Körper Tafel 5 nach 2-jähriger Lagerung in 1%iger Schwefelsäure:
 Ct. fu. Tonerdezement
 Ca. Kt. Portlandzement
 Ha. Rn. Me. Hochofenzement

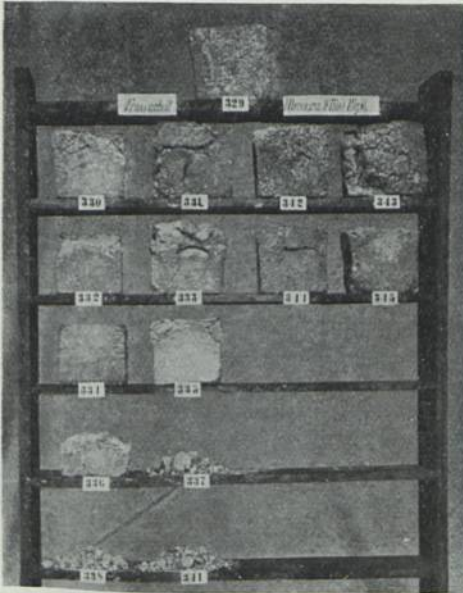
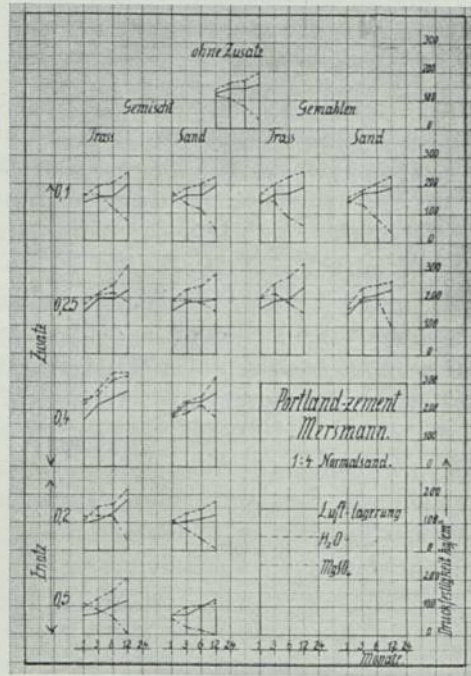


BILD 11. Aussehen der Körper der Tafel 10 in gleicher Anordnung wie die Einzelkurven der Tafel 10



TAFEL 10. Verhalten von Portlandzement bei Zusatz von Trass oder Sandmehl (0,1, 0,25 und 0,4 Gewichtsteile) sowie bei Ersatz von Zement durch Trass oder Sandmehl (0,2 und 0,5 Gwtl.) bei bis zu 1-jähriger Lagerung in Luft, Wasser und 10%iger $MgSO_4$ Lösung. Die Mischung Zement + Trass (oder Sand) wurde in der linken Reihe durch einfache Mischung, in der rechten Reihe durch Zusammenmahlen hergestellt.

Druckfestigkeiten von Mörtelkörpern 70 mm³.
 1 : 4 N.S.

wie Vicat ⁶⁾ (1857), Michaelis ⁷⁾ (1882), Le Chatelier ⁸⁾ (1887), Feret ⁹⁾ (1901), de Castro ¹⁰⁾ (1922), Luigi ¹¹⁾ (1919), Blount ¹²⁾ (1915), Hiroi ¹³⁾ (1905), Passow ¹⁴⁾ (1912), Taft ¹⁵⁾ (1915), Lippincott ¹⁶⁾ (1913), Duryee ¹⁷⁾ (1910), Humphrey ¹⁸⁾ (1912), Atwood u. Johnson ¹⁹⁾ (1923) diesen Puzzolanzusatz gleichfalls als vorteilhaft erkannt. Die günstige Wirkung der Puzzolane ist nicht nur auf ihre dichtende Wirkung, sondern auch auf die Tatsache, dass sie Kalk zu binden vermögen, zurückzuführen und ihre Bedeutung wird um so grösser sein, je reaktionsfähiger und je weiter verbreitet sie sind. Grosse Versuche, die ich mit Trass durchgeführt habe, haben bewiesen, dass ein Zusatz von Trass sowohl zu Portlandzement als auch zu Hüttenzement von Vorteil ist, wenn der Trass nicht als Zementersatz, sondern als Zuschlagstoff gerechnet wird und zwar erwiesen sich 20—40 Gewichtsteile Trass auf das Zementgewicht als vorteilhaft. Man kommt schon mit 20 Gewichtsteilen aus, Bild 10 und 11 zeigen die günstige Wirkung steigenden Trasszusatzes auf einen Portlandzement-Beton. Ein Ersatz des Trasses durch gemahlene Sand zur Dichtung ist bis zu einem gewissen Grade zulässig, empfiehlt sich aber bei Meerwasserbauten nicht, da gesandete Zemente sich ungünstiger verhalten als getrasste Zemente.

Leider ist das Vorkommen des Trasses und ähnlicher Puzzolane auf wenige Gegenden beschränkt, dagegen ist eine künstliche Puzzolane, die Hochofenschlacke fast überall zu haben. Die gute Wirkung geeigneter Hochofenschlacke ist in Deutschland schon seit Jahrzehnten bekannt. Gegenüber allen anderen Puzzolanen hat die Hochofenschlacke den Vorteil, dass sie

1. wesentlich reaktionsfähiger ist als alle natürlichen Puzzolane;
2. das ihre Zusammensetzung von Fall zu Fall genau bekannt ist, und gegebenenfalls gemäss den gestellten Anforderungen geändert werden kann.

Die hohen hydraulischen Eigenschaften der Hochofenschlacke haben dazu geführt dass sie in grossem Umfange in Deutschland zu Hüttenzement verarbeitet wird, die als Normzemente den Portlandzementen gleichgestellt sind. Die Hüttenzemente werden in der Weise hergestellt, dass die schnellgekühlte Hochofenschlacke mit Portlandzement, der auch wieder aus Hochofenschlacke hergestellt wurde, vermahlen wird und zwar für Eisenportlandzement im Verhältnis 30% H.O.-Schlacke : 70% Klinker.

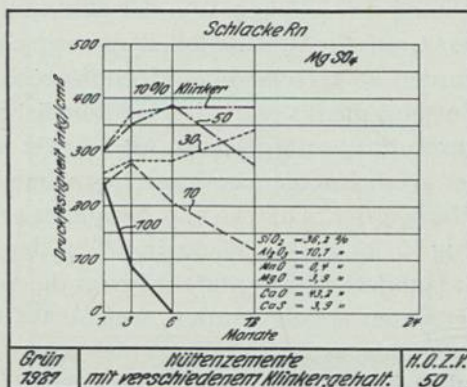
Hochofenzement im Verhältnis 30—85% H.O.-Schlacke : 69—15% Klinker.

Demgemäss sind die Hüttenzemente kalkarme Zemente. Eine Übersicht über die chemische Zusammensetzung der verschiedenen besprochenen Zemente gibt Tabelle 12, welche zeigt, dass Erz-Zement sich von Portlandzement nur durch den Eisengehalt, Hochofenzement durch den niederen Kalkgehalt, Tonerdezemente durch hohen Tonerdegehalt bei gleichfalls niederm Kalkgehalt unterscheidet. Einen Überblick über die günstige Einwirkung der Schlackensandzumahlung zu den Klinkern geben die Tafeln 13 und 14, aus welchen ohne weiters hervorgeht, dass der ursprünglich nicht sulfatbeständige Portlandzementklinker durch den Schlackensandzusatz in recht sulfatbeständige Zemente übergeführt wird.

Der Grad der Beständigkeit eines solchen aus Portlandzement und Hochofenschlacke zusammengemahlene Hüttenzementes hängt nun ab von der Zusammen-

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO
Erzzement	23	2	8	62	2
Portlandzement	23	8	2	62	2
Eisenportlandzement	25	9	2	57	2,5
Hochofenzement	29	11	2	50	3,5
Hochofenschlacke	32	12	2	44	4
Tonerdezement	8	42	5	40	0,5
Grün 1927	Analysen verschiedener Zemente.				H.O.Z.V. 81

TAFEL 12. Chem. Zusammensetzung der verschiedenen Zementarten

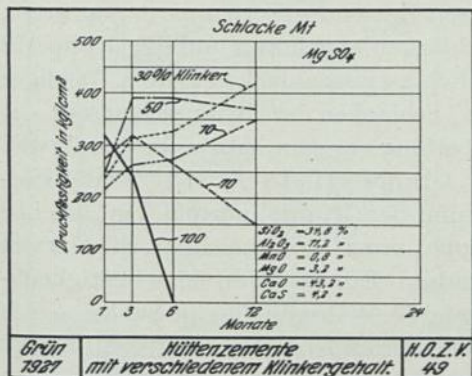


TAFEL 13. Verhalten von 5 Zementen mit verschiedenem Schlackengehalt bei 1 jähriger Lagerung in 10 %iger Mg SO₄ Lösung

Zusammensetzung der Zemente:

Portlandzement-Klinker:	Hochofenschlacke:
100 %	0 %
70 %	30 %
50 %	50 %
30 %	70 %
10 %	90 %

Analyse der Schlacke in der Tafel rechts unten

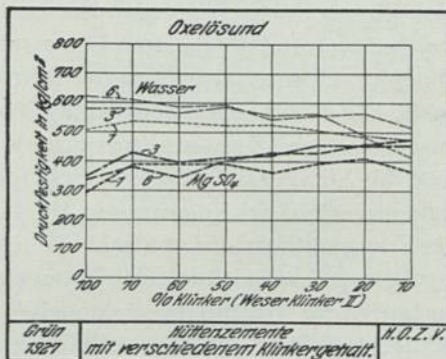


TAFEL 14. Verhalten von 5 Zementen mit verschiedenem Schlackengehalt bei 1 jähriger Lagerung in 10 %iger Mg SO₄-Lösung

Zusammensetzung der Zemente:

Portlandzement-Klinker:	Hochofenschlacke:
100 %	0 %
70 %	30 %
50 %	50 %
30 %	70 %
10 %	90 %

Analyse der Schlacke in der Tafel rechts unten



TAFEL 15. Druckfestigkeiten von Zementen aus Portlandzementklinker und Hochofenschlacke bei Wasser- und Sulfatlagerung (10 %ige Mg SO₄ Lösung) nach 1, 3 u. 6 Monaten

Zusammensetzung der Zemente:

Portlandzement-Klinker:	Hochofenschlacke:
100	0 Gew. Teile
70	30
60	40
50	50
40	60
50	70
20	10
10	90

setzung des Klinkers und der Schlacke und deren Mischungsverhältnis. Um über den Grad der Beständigkeit der verschiedenen Schlacken Aufschluss zu erhalten, wurden 20 verschiedene Hochofenschlacken mit wechselndem Klinkergehalt zu Hüttenzement verarbeitet und die hergestellten Mörtelkörper in 10%-iger Magnesiumsulfatlösung gelagert. Als Klinker wurde ein absolut raumbeständiger Klinker, der erfahrungsgemäss ganz besonders sulfatfest war, verwendet, um die Eigenschaften der Schlacke klar heraus zu arbeiten. Der Klinkergehalt der Zemente betrug 10, 20, 30, 40, 50, 60 und 70%, der Schlackengehalt war jeweils die Ergänzung zu Hundert. Kurventafel 15 zeigt die Wasserfestigkeiten bis zu 6 Monaten, die mit Zementen erzielt wurden, welche auf diese Weise aus einer normalen Giessereieisenschlacke hergestellt worden waren, im Vergleich hierzu auch die Magnesiumsulfat-Festigkeiten. Die Tafel beweist, dass mit steigendem Schlackengehalt die Schädigungen des Zementes immer geringer wurden. Bei 10% Klinkergehalt stimmen die Festigkeiten zwischen Wasser und Magnesiumsulfatlösung praktisch überein. Bemerkenswert sind die guten absoluten Festigkeiten, die überhaupt erzielt wurden, und die sich nach 1 Monat durchweg über 500 kg/cm² bei Wasserlagerung bewegen. Aus den Ergebnissen der Prüfung der 20 verschiedenen Schlacken kann bis jetzt folgendes geschlossen werden:

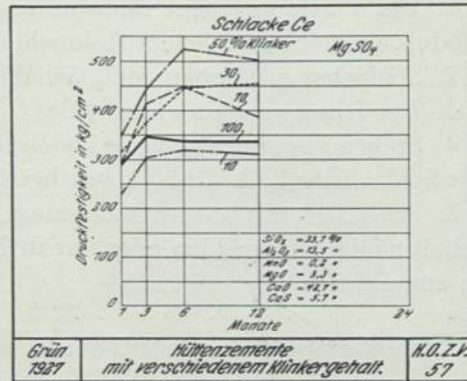
Ausschlaggebend für die Beständigkeit des Zementes ist die chemische Zusammensetzung der Schlacke. Die Schlacken lassen sich nach ihrer chemischen Zusammensetzung in vier Gruppen einteilen, welche in Tabelle 16 wiedergegeben sind. Von diesen Schlacken ergab die beständigsten Zemente die Gruppe I „normal“, welcher weitaus die meisten Giessereieisenschlacken angehören und die Gruppe Ia „hochkieselsäurehaltig“, zu der sehr viele Thomaseisenschlacken zählen. Weniger beständig scheinen die „hohtonerdehaltigen“ Schlacken der Gruppe II zu sein, die ausgezeichnete Zemente für normale Verarbeitung ergeben. Am unbeständigsten sind die „magnesiahaltigen“ Schlacken der Gruppe III. In Tafel 17 ist der Festigkeitsverlauf bei Lagerung in Magnesiumsulfat der Gruppe „normal“, in Tafel 18 der Festigkeitsverlauf von Schlacken der Gruppe „sauer“ aufgezeichnet. Die Kurven der Gruppe „kieselsäurereich“ steigen dauernd an. Ein Bild von dem Festigkeitsverlauf in der Gruppe „tonerdereich“ geben Tafel 19. Während die eine Schlacke sich verhältnismässig günstig verhält, ist dies bei einer anderen nicht der Fall. Einige Ergebnisse der ungünstigsten Gruppe der „magnesiahaltigen“ Schlacken sind in Tafel 20 aufgezeichnet. Es zeigt sich ein deutliche Abfallen der Festigkeiten. Hochofenzemente aus sauren, normalen und tonerdereichen Schlacken werden also auch bei hohem Schlackengehalt stets beständiger sein als die zugehörigen Portlandzementklinker. Bei sehr stark basischen und bei magnesiareichen Schlacken ist dagegen der Schlackenzusatz zu beschränken.

In dem Dreistoffsystem, Tafel 21 sind die Schlacken ihrer chemischen Zusammensetzung nach eingezeichnet. Auch hier zeigt sich, dass die weniger günstig wirkenden Schlacken am weitesten von der Kieselsäureecke wegliegen, dass also die Beständigkeit eine Funktion des SiO₂-Gehaltes ist. Nach den bisherigen Erkenntnissen ergeben sich für die Herstellung sulfatfester Zemente folgende Regeln:

Gruppeneinteilung von Hochofenschlacken in Bezug auf Sulfatbeständigkeit der Hüttenzemente

Gruppe	I Normal	Ia Hoch Nieselsäure	II Hoch Tonerde	III Hoch Magnesia
SiO ₂	30-34	34-37	28-33	30-33%
P ₂ O ₅	9-15	11-12	16-21	11-15%
MgO	3-8	3-4	2-6	10-19%
CaO	46-50	45-47	41-51	37-42%
Grün 1927	Beton im Meerwasser			H.O.Z.K. 75

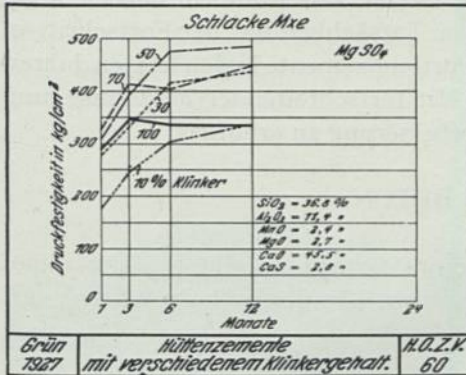
TAFEL 16. Gruppierung der verschiedenen Hochofenschlacken nach ihrer Sulfatbeständigkeit.



TAFEL 17. Festigkeiten von Zementen aus Portlandzement und „normaler“ Hochofenschlacke (Analyse rechts unten) in 10%iger Magnesiumsulfatlösung. Zusammensetzung der Zemente:

Portlandzement: Hochofenschlacke:

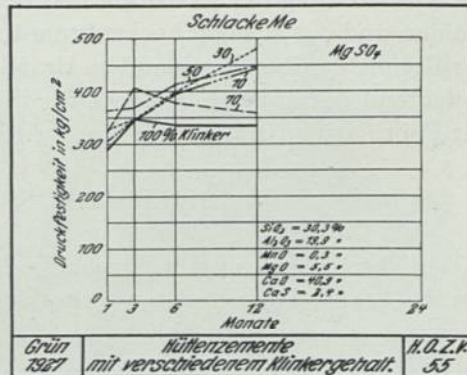
100	0 Gew. Teile
70	30 " "
50	50 " "
30	70 " "
10	90 " "



TAFEL 18. Festigkeiten von Zementen aus Portlandzement und „saurer“ Hochofenschlacke (Analyse rechts unten) in 10%iger Magnesiumsulfatlösung. Zusammensetzung der Zemente:

Portlandzement: Hochofenschlacke:

100	0 Gew. Teile
70	30 " "
50	50 " "
30	70 " "
10	90 " "



TAFEL 19. Festigkeiten von Zementen aus Portlandzement und tonerdehoher Hochofenschlacke (Analyse rechts unten) in 10%iger Magnesiumsulfatlösung. Zusammensetzung der Zemente:

Portlandzement: Hochofenschlacke:

100	0 Gew. Teile
70	30 " "
50	50 " "
30	70 " "
10	90 " "

1. Der Portlandzement muss unter gehöriger Abstimmung des hydraulischen Moduls aus feingemahlenem Rohmehl hochgebrannt sein.
2. Schlacken mit hohem SiO_2 Gehalt sind als Zusatzschlacke vorteilhaft.
3. Der Klinkergehalt ist auf $\frac{1}{3}$ des Gesamtgewichtes zu beschränken.
4. Stehen nur stark basische kieselsäurearme Schlacken zur Verfügung, so muss der Schlackengehalt auf 50% beschränkt werden.
5. Schlacken mit hohem Magnesiumgehalt bei gleichzeitigem erheblichen Kalkgehalt sind zu vermeiden oder nur in Mengen bis zu 40 % dem Hochofenzement zu zumahlen.

b. GEEIGNETE ABSTIMMUNG DER MODULE DES PORTLANDZEMENTES BEI
GENÜGENDEM GEHALT AN KIESELSÄURE UND FLUSSMITTELN

Aber auch die Verwendung geeigneter Portlandzemente vermag bei den heutigen Aufbereitungsmethoden zu recht sulfatbeständigen Bauwerken zu führen, wenn die nachher zu erörternden Massnahmen bei der Betonherstellung Beachtung finden; allerdings wird ein Puzzolanzusatz stets von Vorteil sein. Zweckmässigerweise werden kieselsäurereiche Portlandzemente herangezogen, deren Zusammensetzung so berechnet ist, dass dem Kalk genügend Kieselsäure und Flussmittel gegenüberstehen. Dabei ist ebenso wichtig wie die chemische Zusammensetzung die Aufbereitung der Rohstoffe und der gute Brand. Das Rohmehl muss fein gemahlen und der Klinker hochgebrannt werden. Tatsächlich hat der Fortschritt in der Rohmehlaufbereitung und im Brand die Portlandzemente in den letzten Jahren bedeutend beständiger gemacht als früher. Mit fortschreitender Modernisierung der Fabrikation ist hier auch eine weitere Verbesserung zu erhoffen.

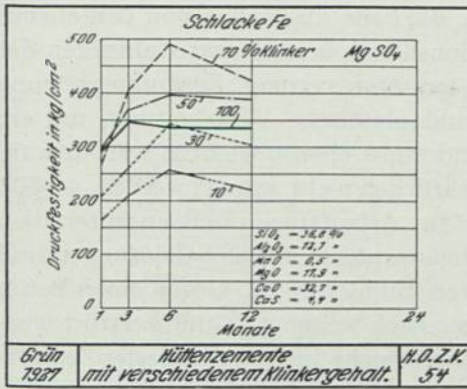
B. ABSCHLUSS DES BETONS

Der Abschluss des Betons gegen die Schadenwässer ist eine weitere Massnahme, um die Lebensdauer des Bauwerkes zu verlängern. Um ihn herbeizuführen, sind folgende Arbeitsweisen üblich:

- I. Herstellung sehr dichten Betons durch:
 - a. Korngrössenwahl der Zuschlagstoffe nach der Fullerkurve,
 - b. plastische Verarbeitung.
- II. Stehenlassen des Betons an der Luft zur Bildung einer Schutzschicht aus kohlenstoffreichem Kalk.
- III. Tränkung des Betonkörpers mit kalkbindenden Stoffen (Ammoniumcarbonat, Oxalsäure, Fluaten).
- IV. Putz- oder Klinkerverblendung.
- V. Anstrich mit Bitumen.

Zu I:

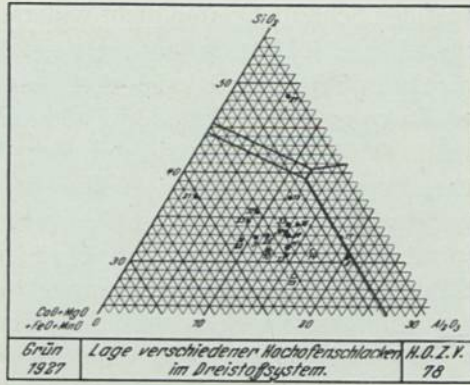
Die Herstellung eines dichten Betons ist von allergrösster Bedeutung. Auch die besten Bindemittel können auf die Dauer in einem porösen Beton den Sulfaten und



TAFEL 20. Festigkeiten von Zementen aus Portlandzement und hochmagnesiainhaltiger Hochofenschlacke (Analyse rechts unten) in 10 %iger Magnesiumsulfatlösung

Zusammensetzung der Zemente:

Portlandzement	Hochofenschlacke:
100	0 Gew. Teile
70	30 " "
50	50 " "
30	70 " "
10	90 " "



TAFEL 21. Lage verschieden sulfatbeständiger hochofenschlacken im Dreistoffsystem.

- günstige Schlacken
- weniger günstige Schlacken

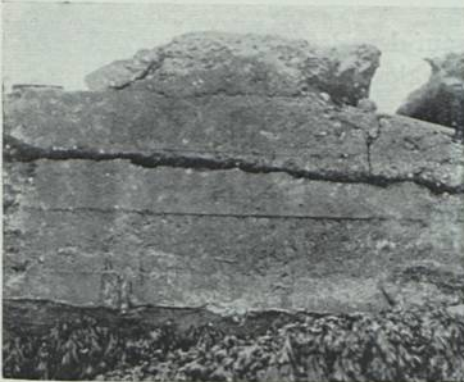


BILD 22. In den Arbeitsfugen durch Meerwasserwirkung zerstörter Beton auf Helgoland



BILD 23. In den Stampffugen durch Meerwasser zerstörter Beton auf Helgoland

sonstigen Schädlichkeiten nicht widerstehen, da, ganz abgesehen von den chemischen Umsetzungen, schon der Kristallisationsdruck beim Auskristallisieren der Salze oder bei Frostperioden den Beton zu zerstören vermag. Zusammensetzung der Zuschlagstoffe nach der Fullerkurve und plastische Verarbeitung, um ein dichtes Gefüge zu erhalten, sind deshalb mindestens ebenso wichtig, wie Auswahl des richtigen Bindemittels. An Zement darf natürlich nicht gespart werden, 4—500 kg Zement je cbm Beton sind unbedingt nötig. Arbeitsfugen müssen unter allen Umständen vermieden werden, da sie die Eingangspforte für die Salzlösungen sind und zu einer Zerstörung des Bauwerkes führen. Bild 22 und 23 zeigen einen Beton von Helgoland, welcher durch das Meerwasser nach wenigen Jahren zerstört wurde. Man kann deutlich die Arbeitsfugen sehen, welche in erster Linie der Zerstörung zum Opfer gefallen sind.

Zu II:

Ein Stehenlassen des Betons an der Luft, um den freien Kalk an der Oberfläche in kohlen-sauren Kalk überzuführen, hat sich stets bewährt. Nachteilig ist bei dieser Arbeitsweise aber die aufzuwendende Zeit und die Tatsache, dass die gebildete Schutzschicht durch mechanische Beeinflussungen, z. B. Schiffsstöße oder Frost, beschädigt werden kann. Darauf setzt die Zerstörung des inneren Betons ein.

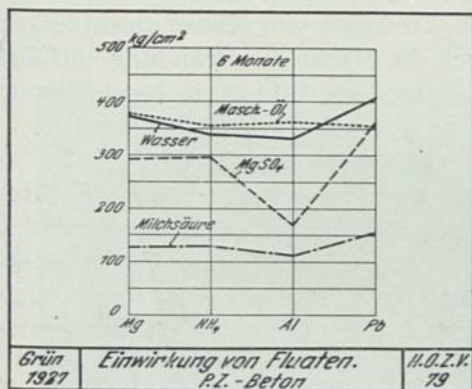
Zu III:

Tränkung des Betonkörpers mit kalkbindenden Stoffen. Um das Stehenlassen des Betons an der Luft zu umgehen und dennoch den freien Kalk an der Oberfläche zu binden, hat man bereits Anstriche mit chemischen Reagenzien vorgeschlagen, z. B. Ammoniumcarbonat, Oxalsäure²⁰⁾ und Fluaten. Die Wirksamkeit dieser Mittel ist zweifellos, wie aus Kurventafel 24 hervorgeht, ebenso beschränkt wie das Stehenlassen an der Luft, da selbstverständlich nur die Oberfläche des Betons gesichert wird.

Zu IV:

Das Aufbringen einer Klinkerverblendung auf den Beton, das lange Zeit als das alleinige Heilmittel gepriesen wurde, ist zwecklos, solange nicht der Klinker in Asphalt vergossen wird. Eine Klinkerverblendung hält bei grösseren Bauwerken nie so dicht, dass nicht doch das schädliche Wasser, hauptsächlich wenn es unter Druck steht, hinter die Klinkerverblendung eindringen könnte. Der Erfolg ist dann, dass die Zerstörung unter der die Vorgänge verbergenden Verblendung in erhöhtem Masse weitergeht. Auch Putz ist nicht unbedingt zuverlässig.

In Norddeutschland wurde ein Flusswehr durch ein Wasser, welches nur 50—100 mg/l Sulfat enthielt, trotz guter Klinkerverblendung stark beschädigt. Bild 25 zeigt die Bildung des Zementbazillus und die Gipsbildung, welche durch das sulfatarme Wasser im Innern des Betons hervorgerufen wurde. Auf Bild 26 ist ohne weiteres zu erkennen, dass an der 3. Hafeneinfahrt in Wilhelmshaven trotz guter Klinkerverblendung der Beton auf Metertiefe von dem Meerwasser aufgelöst und zerstört wurde. Dass auch die als Schutzschicht bildung viel gepriesene Bewachsung mit Seetieren und Tang ohne dauernde Wirkung ist, zeigen Bild 27 und 28. Der Beton war dicht mit verschiedenen Arten Muscheln und Tang bewachsen, die



TAFEL 24. Einwirkung verschiedener Fluaten auf die Salzwasser- und Oelbeständigkeit von Beton (Magnesium-, Ammonium- Tonerde-, Blei-Fluat)

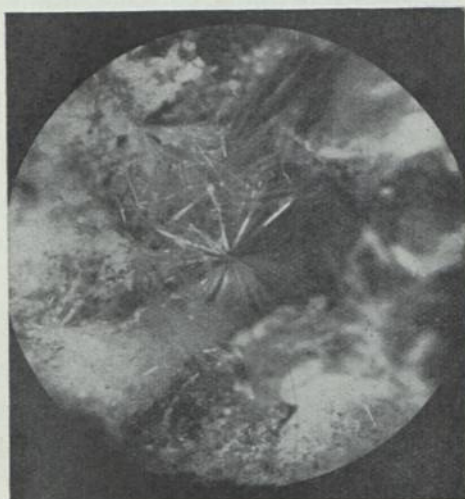


BILD 25. Kristallbildung in Beton, der durch ein schwach sulfathaltiges Wasser trotz Klinkerverblendung zerstört wurde

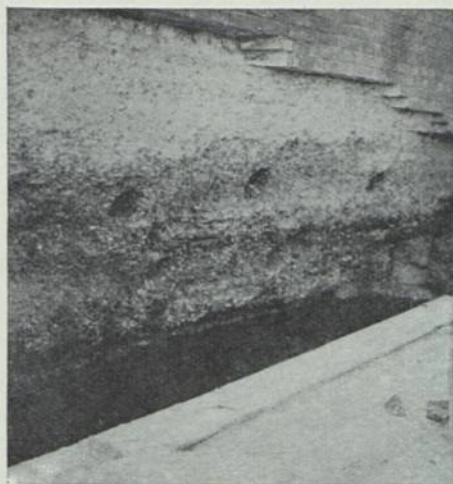


BILD 26. Durch Meerwassereinwirkung trotz Klinkerverblendung auf 1 m Tiefe zerstörter Beton bei Niedrigwasser



BILD 27. Helgoland. Mit Tang und Muscheln dicht bewachsener Beton, der unter dieser „Schutzschicht“ zerstört wurde. (Der Zerfall ist links vorne deutlich zu sehen)

Zerstörung ging unter der Bewachung vor sich, und man sieht, wie nunmehr die ganze Bewachung mit dem abbröckelnden Beton weggeführt wird. Häufig ist die Entscheidung, ob ein Beton nur durch mechanische Beanspruchungen, wie Frost und Wellenschlag, oder chemische Einflüsse zerstört wurde, sehr schwierig, weil an stark ausgesetzten Stellen die bekannten Treibrisse sehr schwer zu entdecken sind und die mürben Betonteile sofort durch die Macht der Brandung entführt werden. Bild 29 zeigt Wellenbrecherblöcke unzerstört, Bild 30 in beschädigtem Zustand, ohne dass Risse zu entdecken wären.

Zu V:

Es bleibt schliesslich noch ein Anstrich mit einer guten, undurchlässigen Bitumenlösung übrig, welche ebenso wie bei Eisen als Schutzmittel empfohlen werden kann. Selbstverständlich müssen derartige Anstriche von Zeit zu Zeit erneuert werden, und so hergestellt sein, dass weder ein Reissen, noch eine Zerstörung durch Sulfat eintritt. Anstriche aus Teerprodukten haben sich als minder geeignet erwiesen, da sie von schwacher Säure zerstört werden.

C. I. NORMENAUFSTELLUNG FÜR SCHUTZMITTELPRÜFUNG

Da sehr viele Anstriche auf den Markt kommen, von welchen die meisten minder geeignet sind, wurde ein Verfahren ausgearbeitet ²¹⁾, um diese Anstriche auf ihre Geeignetheit zu prüfen. Neben der Prüfung auf Widerstandsfähigkeit gegen Säuren Basen, Temperaturbeständigkeit usw. wurde unter anderem Deckungsvermögen und Elastizität geprüft.

Die Elastizität wurde ermittelt durch die Ritzprobe. Der Anstrich wird auf kleine Plättchen von Mattglass aufgestrichen und nach der Trocknung mit feinen Nadeln unter Belastung von 300 g geritzt. Die entstandenen Risse werden bei starker Vergrösserung photographiert. Bild 31 zeigt das so entstandene Bild eines guten, Bild 32 das eines schlechten brüchigen Anstriches.

Die Aufstellung von Normen für die Prüfung dieser Schutzanstriche wurde versucht, um eine sachgemässe Prüfung derselben zu ermöglichen ²¹⁾.

C. II. NORMENAUFSTELLUNG FÜR MEERWASSERZEMENT

Wünschenswert wäre natürlich auch eine Möglichkeit, die Zemente, welche für Bauten im Meerwasser bestimmt sind, auf ihre diesbezgl. Geeignetheit zu prüfen. Ansätze hierzu finden sich in den Internationalen Normen kaum. Leider dauern alle Prüfungen durch Einlagerung von Betonkörpern in Sulfat zu lange. Auch Feststellung des freien Kalkgehaltes auf analytischem Wege, Schütteln mit Sulfat etc. hat noch nicht zu befriedigenden Ergebnissen geführt. Versuche, die ich durchführte mit Magnesiumsulfat- und ähnlichen Lösungen in der Hitze, haben bis jetzt kein eindeutiges Resultat ergeben. Vielleicht lässt sich durch Einlagerung in Leinöl, welches ganz besonders schnell zur Zerstörung führt, ein Ver-

fahren ausarbeiten, welches Schlüsse auf die Sulfatbeständigkeit der einzelnen Zemente gewährt. Die diesbezügl. Arbeiten sind im Gange.



BILD 28. Wellenbrecherblock auf Helgoland, zerstört trotz Tang- und Muschelbewachung



BILD 29. Wellenbrecherblöcke auf Helgoland aus Hochofenzement. Ohne Zerstörung. Im Vordergrund der Erbauer des jetzt wieder gesprengten Hafens in Helgoland, Baudirektor Eckhardt

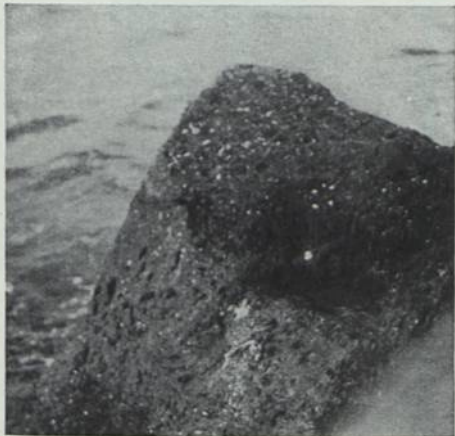


BILD 30. Wellenbrecherblock auf Helgoland, stark zerstört, aber ohne Treibrisse. Die Zerstörung ist nur an der Formänderung zu erkennen, da der mürbe Beton durch den Wellenschlag stets sofort entfernt wird



BILD 31. Ritzprobe eines guten Betonschutzanstriches aus Bitumen



BILD 32. Ritzprobe eines schlechten Betonschutzanstriches aus Bitumen

D. ZUSAMMENFASSUNG

Wenn in der bisher skizzierten Weise bei durch Salzwassereinwirkung gefährdeten Bauwerken gearbeitet wird, nämlich:

1. Durch Heranziehung eines dichten Zuschlages und dichte Verarbeitung;



BILD 33. Durch ammoniumsulfathaltiges Wasser zerstörter Beton in einer chemischen Fabrik in Ludwigshafen



BILD 34. Durch ammoniumsulfathaltiges Wasser zerstörter Portlandzement-beton in der chemischen Fabrik der I. G. Farbenindustrie A. G. Ludwigshafen

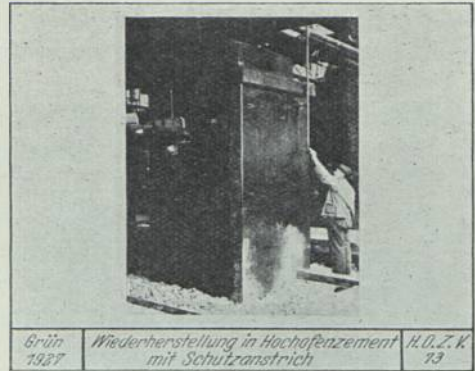


BILD 35. Wiederherstellung eines Pfeilers in der I. G. Farbenindustrie A.-G. Ludwigshafen durch Ummantelung mit Hochofenzement und durch Schutzanstrich

2. Durch Auswahl eines für die jeweiligen Zwecke passenden Zementes, gegebenenfalls mit Puzzolanzuschlag, und wenn
 3. der junge Beton weiter durch Stehenlassen an der Luft, Imprägnierung oder Schutzanstrich gesichert und dauernd beobachtet wird,
- kann mit einer vollkommenen Beständigkeit des Betons auch unter schwierigen Verhältnissen gerechnet werden. Irgendwelche Befürchtungen bezügl. der Zuver-

lässigkeit des Betons als Baustoff brauchen nunmehr, nachdem seine Schwächen erkannt sind, nicht mehr gehegt zu werden, da sich Abhilfemassnahmen gegen diese Schwächen für jeden Zweck jederzeit durchführen lassen.

Zum Schluss sei noch angeführt, dass ein Film aufgenommen wurde, um die dem Auge nur in ihren Folgeerscheinungen sichtbaren Treiberscheinungen während ihres Entstehens sichtbar zu machen, nämlich ein Film mit dem Zeitraffer. Alle 10 Sekunden wurden von dem Körper, der aus Treiberzement hergestellt worden war, Aufnahmen gemacht, die im nachfolgenden in 2 Minuten ablaufen werden, während die Aufnahme selbst sich über 6 Stunden erstreckte. Eine Ausmessung der auftretenden Risse zeigte, dass die Treiberscheinungen explosionsartig auftreten. Zunächst bleibt der Körper beständig, ganz plötzlich treten Risse auf, die eine erhebliche Länge annehmen, dann einige Zeit konstant bleiben, um dann periodisch weiter zu wachsen. Es ist also, wie das schon von früheren Forschern vermutet wurde, tatsächlich das Treiben eines Körpers zu vergleichen mit einer Zerstörung durch Explosion. Wenn die zusammenhaltenden Kräfte des Körpers der zerstörenden Treibkraft nicht mehr standzuhalten vermögen, zerreißt der Körper plötzlich, um dann ebenso plötzlich zu zerfallen. Auf diese Tatsache sind viele Fehlbeobachtungen, die sich auf nicht genügend lange Zeit erstreckten, zurückzuführen: Wenn die Körper zu früh besichtigt wurden, täuschten sie Beständigkeit vor, da die Besichtigung kurz vor der „Explosion“ erfolgte. Schon nach wenigen Tagen kann das Bild ein ganz anderes sein, wenn nämlich in diesem Zeitraum das Zerfallen des Körpers plötzlich vor sich gegangen war. Auf dieses Steigen der inneren Spannung bis zur Zerreißung von innen heraus sind auch die oft beobachteten Druckfestigkeitsanstiege kurz vor Einsetzen der Zerstörung zurückzuführen.

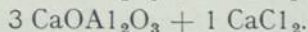
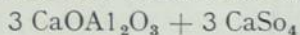
DISKUSSION

Prof. Dr. KÜHL, Berlin-Lichterfelde

Meine Herrn! Der hochinteressante Vortrag von Herrn Dr. Grün hat unsere Aufmerksamkeit auf ein Gebiet der Zementforschung gelenkt, auf dem es noch besonders viele ungeklärte Fragen gibt. Ich möchte mir erlauben, in dieser Hinsicht den Vortrag des Herrn Dr. Grün noch in einigen Punkten zu ergänzen.

Soweit Herr Dr. Grün den chemischen Ursachen für die Zerstörung von Zement und Beton durch aggressive Wasser nachgegangen ist, hat er zur Erklärung der chemischen Vorgänge das gleichzeitig von Candlot in Frankreich und von Michaelis in Deutschland entdeckte Doppelsalz erwähnt, das er als ein Calciumaluminiumsulfat bezeichnet, während es meistens — wenn auch weniger gut — Calciumsulfoaluminat genannt wird. Ich darf ihre Aufmerksamkeit darauf lenken, dass ausser der Bildung dieses Salzes auch noch zahlreiche andere Prozesse mit der Zerstörung einherlaufen, die freilich noch wenig untersucht, und noch weniger ge-

klärt sind. Schon in dem bekannten Buch von Le Chatelier „Recherches expérimentales“ finden Sie die Beschreibung einer Doppelverbindung aus Tricalciumaluminat und Calciumchlorid. Während aber im „Zementbazillus“ auf 1 Aluminat 3 Calciumsulfat kommen, scheint das „Chloroaluminat“ höchstens 1 Calciumchlorid auf 1 Calciumaluminat zu enthalten. Eine Gegenüberstellung beider Formeln macht den Unterschied augenscheinlich:



Die Bildung dieses Calciumchloroaluminates führt ebenso zu Zerstörungen, wie die des Sulfoaluminates, wovon man sich leicht überzeugen kann, wenn man dem Zement steigende Mengen Chlorcalcium beimischt. Übrigens beobachteten wir bei Untersuchungen, die in dem von mir geleiteten Institut durchgeführt wurden, sehr merkwürdige Erscheinungen. Wir hatten in einem mit feuchten Tüchern ausgeschlagenen Kasten, auf dessen Boden etwas blankes Wasser stand, Glasplattenkuchen chlorcalciumhaltiger Zemente eingelagert, wobei wir die Glasplatten zum Schutz gegen das Bodenwasser auf untergeschobene Leisten gelegt hatten. Durch irgend einen Zufall waren einige Platten von den Leisten abgerutscht, so dass die abbindende Zementkuchen mit dem Bodenwasser in Berührung gekommen waren. Am nächsten Morgen zeigte sich folgendes Bild: Die Kuchen, die mit dem Wasser nicht in Berührung gekommen waren, waren normal erhärtet; dagegen zeigten diejenigen Kuchen, an die das Wasser von aussen herangetreten war, klaffendes Treiben.

Ich erwähne diesen Vorgang, weil er ein Schlaglicht wirft auf die Tatsache, dass uns die Vorgänge des Treibens immer noch ein Geheimnis sind. Ich glaube, dass es dieser mangelhaften Kenntnis der Zerstörungsvorgänge auch zuzuschreiben ist, wenn man die Widerstandsfähigkeit des Tonerdezementes erheblich überschätzt hat. Aus der Tatsache, dass sich Tonerdeschmelzzement gegen Sulfate zumeist gut bewährt, hat man auf eine allgemeine hohe Widerstandsfähigkeit dieses Zementes geschlossen, ohne zu beachten, dass die Verhältnisse bei jeder aggressiven Flüssigkeit verschieden sind.

Wenn Herr Dr. Grün meint, man könne die Widerstandsfähigkeit des Portlandzementes durch Hydraulefaktorenabstimmung verbessern, so hat er damit ein Arbeitsgebiet gestreift, auf welchem ich seit vielen Jahren tätig gewesen bin. Sofern Herr Dr. Grün die Wirkung der Hydraulefaktorenabstimmung in der Möglichkeit sieht, den Kalkgehalt durch Erhöhung des Gehaltes der Zemente an Tonerde und Eisenoxyd herabszusetzen, stimme ich ihm zu; sollte aber die Meinung dahin gehen, dass die Hydraulefaktoren sich bei passender Abstimmung gegenseitig schützen, oder wenigstens in ihrer Gefährlichkeit herabsetzen können, so habe ich gegen eine solche Auffassung Bedenken. Der Italiener Ferrari glaubt, wie ich einer Patentschrift entnommen habe, die Gefährlichkeit der Tonerde im Portlandzement dadurch beseitigen zu können, dass er den Gehalt an Eisenoxyd so weit erhöht, dass die Menge des Eisenoxyds der Menge der Tonerde äquivalent ist. Wenn ich mich recht entsinne, will Ferrari gefunden haben, dass sich bei der Hy-

dratation eine ternäre Verbindung aus Kalk und äquivalenten Mengen von Tonerde und Eisenoxyd bildet, die durch ihre Unlöslichkeit die Tonerde für eine anderweitige Betätigung unschädlich macht. So willkommen mir diese Theorie für meine eigenen Arbeiten und ihre praktische Auswirkung gewesen wäre, so habe ich sie doch leider im praktischen Versuch nur teilweise bestätigt gefunden. Hätte Ferrari mit seiner Anschauung Recht, so musste durch angemessene Erhöhung des Eisenoxydes ein ebenso vollkommener Schutz gegen Gipstreiben erreicht werden können, wie durch den Ersatz der Tonerde durch Eisenoxyd nach dem Vorbilde des Michlis'schen Erzzementes. Demgegenüber habe ich nur eine mässige Erhöhung der chemischen Widerstandsfähigkeit der Zemente gefunden, wenn ich den Eisenoxydgehalt bis zur Äquivalenz mit dem Tonerdegehalt erhöhte. Ich glaube hieraus schliessen zu sollen, dass für die beobachteten Verbesserungen nicht die Theorie von Ferrari heranzuziehen ist, sondern dass der Erfolg auf die bessere Anfangserhärtung zurückzuführen ist, die, wie ich gefunden habe, durch eine solche Hydraulfaktorenabstimmung herbeigeführt wird.

Damit, meine Herren, berühre ich einen Punkt, den ich für die Frage der Widerstandsfähigkeit der Zemente gegen aggressive Wässer überhaupt für sehr bedeutungsvoll halte. Gerade wenn man, wie ich, mit Herren Dr. Grün völlig darin übereinstimmt, dass man die chemischen Fragen für die Beurteilung der Widerstandsfähigkeit der Zemente in den Vordergrund stellt, so soll man doch darüber die Wichtigkeit der mechanischen Eigenschaften des Mörtels oder des Betons nicht vergessen. Je schneller ein Beton eine gewisse Festigkeit erreicht, um so besser wird er — unter sonst gleichen Verhältnissen — auch chemischen Angriffen widerstehen, und darum soll man bei der Auswahl der Zemente für Bauten in aggressiven Wässern nicht nur auf die chemische Zusammensetzung, sondern auch auf die mechanischen Eigenschaften des Zementes sehen!

Hierzu zwingt vor allem auch der Umstand, dass wir, wie schon eingangs erwähnt, über die chemischen Ursachen, auf denen die Zerstörungsvorgänge beruhen noch zu wenig wissen. Hier tut — und das möchte ich gerade vor dieser grossen Versammlung betonen — ernste Forschungsarbeit vor allen Dingen Not! Freilich möchte ich an diese Bitte sogleich die Mahnung knüpfen, nicht zu viel auf einmal zu wollen; nur durch planmässige Einzelforschung werden wir hier Erfolge erreichen, wie das neulich auch Prof. Nacken auf der Festversammlung der deutschen Portlandzementfabrikanten betonte. Ein ahnendes Beispiel dafür, wie man *nicht* zum Ziele kommt, sind mir die vom deutschen Verband für die Materialprüfungen der Technik bezüglich dieses Gegenstandes gesammelten Erfahrungen. Die fleissigen Arbeiten des Ausschusses 12 haben uns keine Fortschritte in der Erkenntnis der Zerstörungsvorgänge gebracht, weil das angesammelte Zahlenmaterial trotz der Fülle seines Umfangs oder vielleicht richtiger: *wegen* der Fülle seines Umfangs gänzlich unübersichtlich war. Nur durch vorsichtiges Studium der Einzelvorgänge werden wir hier etwas erreichen — genau so, wie auch die Klinkerforschung erst Erfolge brachte, als man vor der mühevollen, umständlichen und zeitraubenden Erforschung der Einzelvorgänge nicht mehr zurückschreckte.

Herr POULSEN, Kopenhagen

Je m'en doute, si le mouvement de l'eau à travers du béton est un mouvement réel; j'incline plutôt à croire, que c'est un mouvement moléculaire, comme un procès tout à fait chimique.

Pendant vingt ans j'ai fait des recherches sur le sujet de béton au-dessus, au milieu et au-dessous de l'eau de la mer, et j'invite ceux, qui s'intéressent à ce sujet, de lire les publications, que j'ai faites en conséquence de ces recherches.

Antwort des Herrn Dr. GRÜN

Es kann sein, dass bei der Einwirkung von Meerwasser auf Beton auch Chloride eine grosse Rolle spielen, ausschlaggebend wird aber nur das Verhalten des Kalziumoxyds und der Tonerde des Zementes sein. Deshalb bin ich in meinem Vortrag auch von dem Verhalten dieser beiden Oxyde ausgegangen, und habe das Sulfat weniger berücksichtigt. Ob nun diese Oxyde durch Umsetzung in Sulfat oder Chlorid zerstörend wirken, ist von nebensächlicher Bedeutung.

Eine gute Abstimmung der Hydraulfaktoren halte ich nach wie vor für unbedingt notwendig, und eine Zugabe geeigneter Puzzolane und Hochofenschlacke für nützlich. Wenn wir auch die chemischen Vorgänge noch nicht mit völliger Genauigkeit kennen, wissen wir doch genug, um einzusehen, dass in Bezug auf das Bindemittel nur durch chemische Massnahmen die schädlichen Einwirkungen der Sulfate und andere Lösungen aufgehoben werden können. Eine Erhöhung der Festigkeiten, besonders der Anfangsfestigkeiten, wie sie Prof. Kühl vorschlägt, führt uns nicht zum Ziel. Wenn diese Idee richtig wäre, müssten ja Tonerdezemente mit ihrem bekannten schnellen Erhärtungsvermögen in allen Salzlösungen weitaus am beständigsten sein, und wir haben die Proben, dass das keineswegs der Fall ist.

Vorläufig wird der alte Weg, durch systematische Einlagerung vieler vorhandenen Bindemittel und Puzzolane bekannter chemischen Zusammensetzung in entsprechenden Lösungen, Vergleich der Ergebnisse mit der chem. Zusammensetzung und auf diese Weise Sammlung möglichst umfangreichen Materials, allein im Stande sein, uns Aufklärung zu schaffen. Heute sind wir durch die Erkenntnis der Schwächen des Portlandzementes auch ohne absolut genaue Kenntnis der Ursachen der Treibvorgänge in der Lage, recht salzwasserbeständige Bauten herzustellen, indem wir nach den vorher gegebenen Anweisungen arbeiten:

Wir müssen dichten Beton herstellen, Puzzolane zusetzen, um den freien Kalk zu binden, und die Bauwerke in ihrer Jugendzeit gegen die schädlichen Einwirkungen schützen.

Befolgen wir diese Regeln, so wird der Beton auch weiterhin unter schwierigen Verhältnissen das bleiben, was er in den letzten Jahrzehnten geworden ist, der billigste und bildsamste Baustoff, der unseren modernen Städten ihr Gepräge gibt, der allein die Ausführung vieler sonst unausführbarer Bauwerke ermöglicht, der Baustoff der Neuzeit.

LITERATURVERZEICHNIS

1. MICHAELIS, D. R. P. 143 604.
2. Winkler, Journal für praktische Chemie, 1856, 455.
3. FREMY, Comptes rendus, 1865, 993.
4. Génie Civil, 1927, 266; referiert in Zentralblatt der Bauverwaltung, 1927, 435.
5. SMEATON, Narrative of the Building of the Eddystone Lighthouse 1791.
6. VICAT, Recherches sur les Causes Physiques de la Destruction des Composés Hydrauliques par l'Eau de Mer etc. Bulletin de la Société d'Encouragement pour l'Industrie Nationale, 1857.
7. MICHAELIS, Deutsche Töpfer und Ziegler-Zeitung, Nr. 33. 1882.
8. LE CHATELIER, Recherches Expérimentales sur la Composition des Mortiers Hydrauliques, 1887, Second Edition 1904.
9. FÉRET, Addition de Pouzzolanes aux Ciments Portland dans les Travaux Maritimes. Annales des Ponts et Chaussées Mémoires et Documents, 4e Trimestre, 1901.
10. DE CASTRO, Revista de Obras Publicas, Madrid, April, 1922.
11. LUIGGI, Annali della Sta. degli Ingegneri et degli Architetti September 1. 1919.
12. BLOUNT, Probable and Presumptive Life of Concrete Structures Made from Modern Cements. Proceedings, International Eng. Congress, 1915.
13. HIROI, The Preparation and Use of Concrete Blocks for Harbour Works. Transactions, Am. Soc. C. E. Vol. LIV. A., 1905, 211.
14. PASSOW, Hochofenzementleitfaden, Berlin, 1912; Tonindustrie-Zeitung, 1915, 759; Tonindustrie-Zeitung, 1916, 413.
15. TAFT, Wood and Concrete in Sea Water, Proceedings, Intern. Eng. Congress, 1915.
16. LIPPINCOTT, Tufa-Cement, as Manufactured and Used on the Los Angeles Aqueduct. Transactions, Am. Soc. C. E. Vol. LXXXVI. 1913, 520.
17. DURYEE, Puzzolan-Portland Cement, etc. Engineering News, Vol. 64 Issue Nr. 22 December 1, 1910.
18. HUMPHREY, Proceedings, International Nav. Congress, Philadelphia, 1912.
19. ATWOOD and JOHNSON, Trans. Am. Soc. Civ. Eng. 87. 1924, 204.
20. D. R. P. 368266.
21. GRÜN, Tonindustrie-Zeitung 1927, 1274.

BILDER UND TAFELN

- T. 1. Wirkung des Meerwassers und Wege zur Aufhebung der schädlichen Wirkung.
- T. 2. Zugfestigkeiten von Erz-Zement und Erz-Hochofenzement in verschiedenen Lösungen:
- B. 3. Zugkörper aus Erzzement nach 2 jähriger Lagerung in 10%iger Natriumsulfatlösung.
- B. 4. Zugkörper aus Erzzement nach 2 jähriger Lagerung in Leinoel.
- T. 5. Zugfestigkeit von Tonerdezement, Portlandzement und Hochofenzement in verschiedenen Lösungen:
- B. 6. Aussehen der Körper Tafel 5 nach 2 jähriger Lagerung in 10 %iger Magnesiumsulfatlösung.

- B. 7. Aussehen der Körper Tafel 5 nach 2 jähriger Lagerung in 10 %iger Natriumsulfatlösung.
- B. 8. Aussehen der Körper Tafel 5 nach 2 jähriger Lagerung in 10 %iger Essigsäure.
- B. 9. Aussehen der Körper Tafel 5 nach 2 jähriger Lagerung in 1 %iger Schwefelsäure.
- T. 10. Trasswirkung auf Sulfatbeständigkeit von Portlandzement im Vergl. zur Sandmehlwirkung.
- B. 11. Trasswirkung auf Sulfatbeständigkeit von Portlandzement im Vergl. zur Sandmehlwirkung.
- T. 12. Chemische Zusammensetzung verschiedener Zementarten.
- T. 13. Portlandzement u. Hochofenzement Rn mit verschiedenem Klinkergehalt in Magnesiumsulfat.
- T. 14. Portlandzement v. Hochofenzement Mt mit verschiedenem Klinkergehalt in Magnesiumsulfat.
- T. 15. Vergleiche zwischen Hüttenzementen mit verschiedenem Klinkergehalt bei Wasser und Sulfatlagerung.
- T. 16. Gruppierung der verschiedenen Hochofenschlacken nach ihrer Sulfatbeständigkeit.
- T. 17. Zemente mit steigendem Schlackengehalt in Magnesiumsulfat-Lösung normale Schlacke.
- T. 18. Zemente mit steigendem Schlackengehalt in Magnesiumsulfat-Lösung saure Schlacke.
- T. 19. Zemente mit steigendem Schlackengehalt in Magnesiumsulfat-Lösung tonerdehohe Schlacke.
- T. 20. Zemente mit steigendem Schlackengehalt in Magnesiumsulfat-Lösung hochmagnesiahaltige Schlacke.
- T. 21. Beziehungen zwischen Sulfat-Beständigkeit und chemischer Zusammensetzung von Schlacken nach dem Dreistoffsystem.
- B. 22. In den Arbeitsfugen zerstörter Beton von Helgoland.
- B. 23. In den Arbeitsfugen zerstörter Beton von Helgoland.
- T. 24. Wirkung der Fluatisierung auf die Sulfatbeständigkeit.
- B. 25. Sulfatkristalle aus hinter Klinkerverblendung zerstörtem Beton.
- B. 26. 3. Hafeneinfahrt von Wilhelmshafen (zerstörter Beton hinter Klinkerverblendung).
- B. 27. Unter Tangbewachsung zerstörter Beton.
- B. 28. Unter Tang- und Muschelbewachsung zerstörter Beton.
- B. 29. Erhaltener dichter Beton (Wellenbrecher).

- B. 30. Dem Wellenschlag ausgesetzter zerstörter Beton (die zerstörten Teile sind weggeführt).
- B. 31. Untersuchung von Bitumenanstrichen: Ritzprobe gut.
- B. 32. Untersuchung von Bitumenanstrichen: Ritzprobe schlecht.

- B. 33. Durch ammoniumsulfathaltiges Wasser zerstörter Beton in einer chemischen Fabrik in Ludwigshafen.
 - B. 34. Durch ammoniumsulfathaltiges Wasser zerstörter Portlandzementbeton in der chemischen Fabrik der I. G. Farbenindustrie A.-G. Ludwigshafen.
 - B. 35. Wiederherstellung eines Pfeilers in der I. G. Farbenindustrie A.-G. Ludwigshafen, durch Ummantelung mit Hochofenzement und durch Schutzanstrich.
-

LE CIMENT ALUMINEUX

par

M. HENRY LE CHATELIER et M. ANDRÉ DUHAMEAUX

Le ciment alumineux, encore appelé ciment fondu ou ciment à la bauxite, présente des particularités qui le séparent complètement des produits hydrauliques siliceux : chaux hydrauliques, ciments naturels ou artificiels, et ciments de laitier. Malgré une prise très lente, il atteint sa dureté définitive entre 24 et 48 heures, quand les ciments artificiels le font seulement entre 7 et 28 jours. Ses mortiers présentent une très grande compacité et sont peu décomposables aux eaux sulfatées. Ces qualités expliquent la rapidité avec laquelle ses applications se sont développées. Mais par le fait de sa découverte récente, il a été l'objet d'un moins grand nombre d'études de laboratoire que les ciments siliceux et la théorie de son durcissement est moins avancée. Nous nous proposons de rendre compte de quelques expériences que nous avons poursuivies à son sujet.

Le durcissement des liants hydrauliques est un phénomène très complexe, dépendant des différents facteurs, dont l'intervention simultanée conduit au résultat final cherché ; la solidité du mortier.

Ces facteurs sont :

- La constitution chimique du ciment ;
- Les réactions chimiques d'hydratation ;
- La vitesse de ces réactions chimiques ;
- Le mécanisme de la cristallisation des hydrates.

CONSTITUTION CHIMIQUE

Tous les ciments sont constitués par la juxtaposition d'un certain nombre de combinaisons chimiques, dont la nature est difficile à préciser et encore incomplètement connue. Pour les ciments siliceux, on admet généralement aujourd'hui que l'élément actif essentiel est, comme l'un de nous l'avait indiqué depuis longtemps, le silicate tricalcique. Pour le ciment alumineux, on admettait jusqu'ici que le constituant principal était l'aluminate monocalcique : Al_2O_3 , CaO ; mais sans preuves bien précises.

D'après le diagramme de fusibilité de Rankine et Wright, relatif aux mélanges

de silice, alumine et chaux, on peut prévoir l'existence possible de six constituants chimiques différents dans les ciments alumineux non ferrugineux, et plus encore, dans le cas de produits riches en fer, comme le sont les ciments fabriqués avec la Bauxite rouge. Les constituants possibles, non ferrugineux sont les suivants :

Aluminates	Silicates.
$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{CaO}$	$\text{SiO}_2, 2 \text{CaO}$
$3 \text{Al}_2\text{O}_3, 5 \text{CaO}$	$\text{SiO}_2, \text{Al}_2\text{O}_3, 2 \text{CaO}$
$\text{Al}_2\text{O}_3, 3 \text{CaO}$	$\text{SiO}_2, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{CaO}$

En fait, l'examen en lame mince d'un clinker de ciment alumineux fondu montre la coexistence d'un grand nombre de constituants différents. Leur identification n'a pas encore été faite d'une façon complète. L'étude en est assez difficile parce que la présence du fer donne lieu à la formation de combinaisons noires, complètement opaques, s'opposant à l'exploration méthodique des plaques minces.

Vraisemblablement, l'un de ces constituants doit jouer un rôle prépondérant dans le durcissement du ciment. Nous avons essayé d'en déterminer la nature par le procédé suivant. On sait que les aluminates anhydres se dissolvent assez rapidement, en donnant des solutions fortement sursaturées. Si l'on analyse les solutions ainsi obtenues, avant le commencement de la cristallisation des aluminates hydratés, on doit obtenir la composition des aluminates anhydres passés en solution dans l'eau. Après le commencement de la cristallisation, la solution change non seulement de concentration, mais aussi de composition, parce que les aluminates hydratés n'ont pas la même formule que les composées anhydres.

Le début de la prise du ciment alumineux, correspondant au commencement de la cristallisation, ne se manifeste qu'après plus d'une heure et cette cristallisation est d'autant plus retardée que le ciment est mis en présence d'un excès d'eau plus considérable. Nous avons agité pendant 1 heure 10 gr. de ciment mis en suspension dans un litre d'eau, c'est-à-dire dans une quantité vingt fois plus grande que celle qui est employée habituellement dans les mortiers. On a ensuite décanté et filtré la liqueur, puis fait le dosage de la chaux et de l'alumine dissoutes. Voici les résultats obtenus avec une douzaine de ciments différents de composition normale, renfermant environ 44% de chaux.

Action de l'eau distillée sur le ciment alumineux

Ciment	Dissolvant	Al_2O_3	CaO	$\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{CaO}$
a	Eau distillée	0,50	0,44	1,13
b	"	0,45	0,41	1,10
c	"	} 0,45	0,41	1,10
c	"		0,48	1,12
d	"	0,45	0,41 m	1,10

Ciment	Dissolvant	Al ₂ O ₃	CaO	Al ₂ O ₃ : CaO
e	Eau distillée	0,54	0,49	1,10
f	„	0,54	0,48	1,12
g	„	0,45	0,42	1,07
h	„	0,52	0,44	1,18
i	„	{ 0,63	0,47	1,34
i	„	{ 0,59	0,46	1,28
	Eau sucrée			
a	0,1%	0,32	0,38	1,10
a	1%	0,33	0,29	1,14
a	5%	0,36	0,33	1,10
a	10%	0,37	0,36	1,03

Le dernier ciment i était moins calcaire, il renfermait seulement 40% de chaux. En rapprochant le rapport de l'alumine à la chaux dans les solutions du rapport semblable dans les différents aluminates définis:

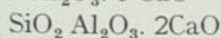
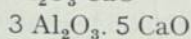
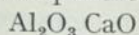
Al ₂ O ₃ , CaO	1,820
3 Al ₂ O ₃ , 5 CaO	1,093

on voit que l'aluminate dissous est l'aluminate 3/5 et non l'aluminate monocalcique, comme on l'a souvent avancé.

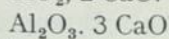
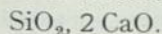
D'après Rankine et Wright, ce composé présente deux variétés allotropiques assez voisines, dont l'une est isotrope et l'autre présente une double réfraction très faible. Cela rend leur observation en lumière polarisée sur plaques minces assez incertaine. Quand le dosage en calcaire diminue, ce rapport de l'alumine à la chaux s'élève, ce qui indique la présence de quantités croissantes d'aluminate monocalcique. Ce composé n'est cependant jamais l'élément principal du durcissement, car le rapport de l'alumine à la chaux reste toujours très inférieur au rapport normal de ce composé: 1,80. On doit donc admettre que le constituant essentiel du ciment alumineux fondu est toujours l'aluminate 3 Al₂O₃, 5 CaO, auquel peuvent venir s'ajouter de petites quantités d'aluminate monocalcique: Al₂O₃, CaO et sans doute aussi d'aluminate tricalcique, suivant la composition du ciment.

Les tentatives faites pour déterminer dans quelles combinaisons le fer était engagé n'ont que partiellement abouti. La majeure partie du fer se trouve à l'état de protoxyde. Le sesquioxyde ne représente que de 10% à 20% du total, au moins dans le ciment fondu au Water Jackett; ce corps paraît être entièrement à l'état d'oxyde magnétique. Si, en effet, on attaque le ciment à froid par de l'acide chlorhydrique étendu de deux fois son volume d'eau, on dissout la majeure partie des oxydes, y compris la silice, et il reste un petit résidu gris, dont une partie, fortement magnétique et facilement attirée par l'aimant, présente tous les caractères de l'oxyde magnétique.

La majeure partie du protoxyde de fer est nécessairement engagée dans des combinaisons avec la silice et l'alumine où il remplace partiellement la chaux. L'examen en lumière polarisée d'une plaque mince de ciment laisse généralement apercevoir un certain nombre de constituants cristallisés incolores, devant par suite être exempts de fer. On s'est assuré qu'il en était bien ainsi en employant une méthode qui avait déjà servi à l'un de nous dans ses études sur la constitution des ciments siliceux. Une préparation microscopique de ciment est débarrassée de la lame couvre-objet qui la protège, lavée au Benzène pour enlever le Baume de Canada, nettoyée enfin à la potée d'émeri, puis recouverte finalement d'une mince couche de gélatine ou d'agar-agar. Une fois cette matière prise en gelée par refroidissement, on couvre la préparation d'une solution renfermant 10% d'acide chlorhydrique concentré et autant de ferricyanure de potassium. Ces deux réactifs pénètrent par diffusion à travers l'enduit et attaquent les divers constituants, en colorant en bleu ceux qui renferment du protoxyde de fer. Les cristaux incolores ne bleuissent pas; ils sont donc exempts de fer. Ces cristaux semblent le plus souvent correspondre aux trois constituants:



On serait donc conduit à admettre par différence que le fer est concentré soit dans le silicate dicalcique, soit dans l'aluminate tricalcique

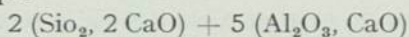


à moins que la présence du fer ne provoque la formation de nouvelles combinaisons ne figurant pas dans le diagramme de Rankine et de Wright.

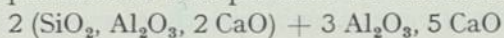
La complexité très grande de la constitution du ciment alumineux fondu tient à la réunion de deux causes qui agissent dans le même sens: la multiplicité, d'une part des aluminates de calcium et d'autre part le refroidissement rapide des masses fondues, qui ne leur permet pas d'arriver en tous points à un état d'équilibre définitivement stable. Le diagramme de Rankine permet de prévoir, pour un ciment non ferrugineux de composition donnée, la nature et la proportion des différentes combinaisons devant normalement subsister après la solidification complète. Par exemple pour un ciment de la composition suivante:

SiO_2	10
Al_2O_3	45
CaO	45

on devrait avoir un mélange de 2 molécules de silicate dicalcique et 5 molécules d'aluminate monocalcique



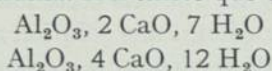
Par refroidissement rapide, on peut obtenir les combinaisons suivantes, de composition totale équivalente, qui correspondent à des nappes inférieures de la surface de fusibilité, et par suite ne sont pas dans un état stable:



Comme d'ailleurs la vitesse de refroidissement n'est pas la même en tous les points de la masse et que de plus les phénomènes de sursaturation sont toujours très capricieux, on obtiendra d'un point à l'autre d'une même masse de ciment ces divers constituants. Aucune difficulté semblable ne se rencontre dans le cas des ciments siliceux.

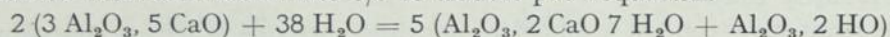
RÉACTIONS D'HYDRATATION

Les réactions qui accompagnent le durcissement des aluminates ont été établies très complètement par Mr. Lafuma. Il n'existe que deux aluminates hydratés :



Le premier seul doit normalement se produire dans l'hydratation du ciment alumineux, qui renferme toujours moins de deux molécules de chaux pour une molécule d'alumine. Le second composé doit au contraire se rencontrer dans les ciments siliceux qui renferment toujours après hydratation un excès de chaux libre.

La formation de l'aluminate bicalcique en partant d'aluminates anhydres moins riches en chaux est accompagnée par la mise en liberté d'alumine hydratée. L'action de l'eau sur l'aluminate 3/5 se traduit par l'équation.

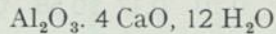


C'est-à-dire que la quantité d'eau fixée est égale à 58,5% du poids du ciment ou à 112% du poids de l'alumine. Pour un ciment renfermant 40% d'alumine, en supposant que la totalité de cette alumine soit à l'état d'aluminates de chaux, la proportion d'eau minimum nécessaire pour l'hydratation du ciment serait de 45% de son poids; l'expérience directe semble indiquer 40%. C'est une quantité d'eau deux fois plus forte que celle fixée par les meilleurs ciments siliceux. Il en résulte que, à dosage égal, le ciment alumineux donne des mortiers plus compacts que les ciments artificiels; cela doit expliquer en partie leur résistance plus grande. Par contre, cette compacité peut être une cause de fragilité au choc, analogue à celle que prennent les ciments artificiels à fine mouture, gâchés en pâte pure avec de l'eau de mer. Cette compacité accroît enfin la résistance de ce ciment à l'action décomposante des eaux sulfatées. Cette cause de non pénétration des sels étrangers vient en effet ajouter son effet physique au faible dosage en chaux du ciment, qui est un obstacle chimique à la formation du sulfo-aluminate de chaux.

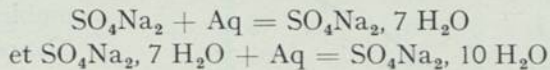
Cette forte proportion d'eau nécessaire pour l'hydratation complète a par contre un inconvénient grave. La quantité d'eau employée habituellement dans les bétons ne dépasse guère la quantité minimum nécessaire pour l'hydratation complète du ciment. Toute perte d'eau par égouttage, évaporation ou autrement amène une diminution de la résistance du mortier. Cela justifie la recommandation de gâcher les mortiers de ciment alumineux un peu plus mous et de les arroser au début de leur durcissement.

L'hydratation des aluminates peut donner lieu à une anomalie qui mérite d'être signalée. Dans le cas des ciments alumineux, relativement peu riches en chaux, le

seul aluminat hydraté qui tend à se former finalement est, comme nous l'avons dit, l'aluminat bicalcique. Mais au début de l'hydratation, en présence des solutions sursaturées d'aluminat anhydre, il peut se séparer d'abord l'aluminat tétracalcique



qui disparaîtra finalement pour être remplacé par l'aluminat dicalcique. C'est un phénomène analogue à celui que l'on observe avec les solutions sursaturées de sulfate de sodium. Le sel hydraté stable qui tend finalement à cristalliser, est le décahydrate, mais on voit souvent, quand la température est suffisamment basse, cristalliser d'abord l'heptahydrate, qui se transforme ultérieurement en décahydrate. On a donc successivement les deux réactions chimiques :



VITESSE DE LA RÉACTION CHIMIQUE

La rapidité de durcissement des ciments alumineux est leur qualité essentielle, celle dont découle la plupart de leurs applications. Or cette rapidité de durcissement est la conséquence de la vitesse même de la réaction chimique d'hydratation. Il est intéressant de préciser par des mesures l'ordre de grandeur de cette vitesse. La détermination des durées de temps de prise ou des résistances à la rupture à des intervalles de temps successifs ne donne pas d'indications précises à ce sujet, parce que le phénomène de durcissement ne dépend pas seulement de la réaction chimique, mais encore dans une large mesure des formes et dimensions des cristaux produits.

On peut au contraire suivre d'une façon très précise la marche de la réaction chimique par une méthode employée autrefois par l'un de nous dans des études sur le plâtre. La combinaison de l'eau avec les sels anhydres est accompagnée d'une contraction importante, atteignant parfois le tiers du volume de l'eau combinée. On peut mesurer cette contraction avec le dispositif expérimental suivant très simple.

On prend un tube à essai de 25 centimètres cubes de capacité, et on fixe à l'extrémité ouverte, au moyen de cire golaz, un tube de verre de 5 m/m de diamètre intérieur et de 200 m/m de longueur. On introduit avec un tube effilé en verre 10 c/m cubes d'eau, puis on verse à l'intérieur un mélange de 10 gr. de ciment et 20 gr. de sable de Fontainebleau. On agite de façon à chasser toutes les bulles d'air, puis on achève de remplir d'eau de façon que le niveau affleure vers le haut du tube étroit. On colle alors une échelle divisée contre le tube en plaçant le zéro de sa graduation au niveau du ménisque. On ferme enfin l'extrémité du tube pour éviter l'évaporation. Une mesure préalable a servi à jauger le tube, de façon à permettre la transformation des longueurs lues sur l'échelle en centimètres cubes.

Voici les résultats d'une mesure faite sur un ciment alumineux à la température

de 15°. La section du tube était exactement de 0,2 cc. Les temps sont exprimés en heures et jours; les contractions en centimètres-cubes.

Temps	2h.	3	4	5	7	11	1j.	2	6	9
Contraction . . .	0,02	0,07	0,10	0,17	0,58	0,92	1,03	1,08	1,11	1,16

La limite vers laquelle tend finalement la contraction semble être de 1,2 centimètres cubes pour 10 gr.

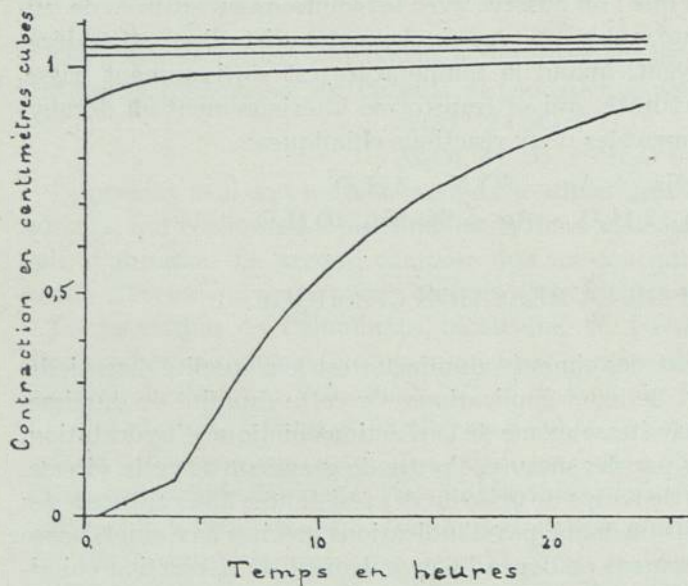


FIG. 1

de ciment. Si celui-ci peut fixer 4 grammes d'eau, la contraction serait égale à 30% du volume d'eau combinée.

La courbe ci-jointe (fig. 1) résume les résultats de ces mesures. Les courbes superposées se rapportent à des jours successifs. On voit bien la tendance asymptotique de la grandeur de la contraction.

Ces expériences répétées sur différents ciments ont montré que la vitesse initiale d'hydratation pouvait varier suivant les échantillons du simple au

double. De plus, la contraction continue à croître pendant un temps très long, avec une vitesse rapidement décroissante, il est vrai. Après 42 jours, elle peut atteindre parfois une valeur double de celle qui s'était produite après 24 heures. Le tableau suivant donne en centimètres cubes la contraction observée sur 10 gr. de ciment mêlés à 20 gr. de sable.

Marque der Ciment	1 jour	3 j.	15 j.	42 j.
A	1,24	1,47	1,77	1,97
B	0,68	1,05	1,16	1,33
C	0,70	1,05	1,23	1,37
D	0,80	1,18	1,43	1,50
E	0,74	1,17	1,45	1,70
F	0,94	1,45	1,76	1,95
G	0,93	1,33	1,49	1,75

Dans les expériences suivantes, on a ajouté à 10 gr. du premier ciment A, les poids indiqués dans la première colonne de différents composés, supposés capables d'agir sur la vitesse de l'hydratation et parfois de donner de nouvelles combinaisons avec le ciment.

Additions	1 jour	3 jours	15 jours	42 jours.
rien	1,24	1,47	1,77	1,97
2% $\text{CaCl}_2 \text{ Aq}$	1,27	1,55	1,80	2,05
1% $\text{CaO H}_2\text{O}$	1,05	1,56	2,29	2,80
10% $\text{CaO H}_2\text{O}$	1,07	1,48	1,80	2,25
1% $\text{SO}_4\text{Ca } 2 \text{ H}_2\text{O}$	1,37	1,71	1,95	
10% $\text{SO}_4\text{Ca } 2 \text{ H}_2\text{O}$	0,97	1,46	1,65	1,71
10% SO_4Ca (Anhydrite)	0,95	1,30	1,65	
100% SO_4Ca (Anhydrite)	0,98	1,56	2,00	2,30
50% Cim. Artif	1,00	1,57	1,90	2,70
1% Sucre	0,17	0,25	1,56	1,86
1% huile	0,97	1,32	1,60	

La chaux libre ou provenant du dédoublement du silicate tricalcique des ciments siliceux augmente notablement la contraction, du fait sans doute de la cristallisation de l'aluminate tricalcique. Le sucre ralentit beaucoup l'hydratation par un mécanisme encore inconnu. Le chlorure de calcium et l'huile ne semblent exercer aucune action.

La vitesse d'hydratation varie nécessairement avec la température, comme le font toutes les réactions chimiques. Pour étudier cette influence de la température, on a fait des mesures de la contraction aux températures de 2°, 15°, 30°. Le tableau numérique ci-dessous et les courbes Fig. 2 reproduisent les résultats obtenus sur un même ciment:

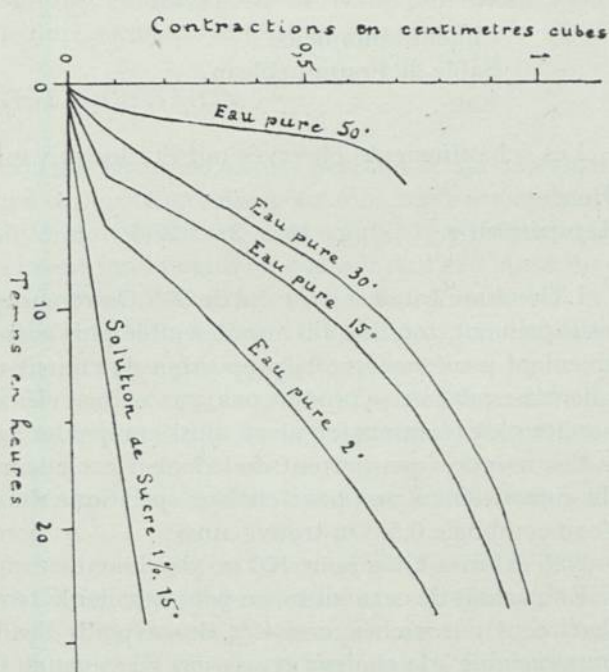


FIG. 2

Température.	2°	15°	30°	50°
Après 2 heures	0,02	0,04	0,10	0,43
„ 4 „	0,05	0,10	0,23	0,70
„ 8 „	0,20	0,40	0,65	
„ 12 „	0,37	0,63	0,72	
„ 16 „	0,53	0,76	0,85	
„ 24 „	0,80	0,92	0,97	
8 jours	1.10	1,97	1,95	

Aux températures de 2° et de 15° les courbes présentent un point anguleux très net, correspondant au moment où s'amorce la cristallisation de la solution sursaturée, c'est-à-dire au début de la prise. La réaction d'hydratation est également accompagnée d'un dégagement de chaleur dont la mesure peut servir à suivre la vitesse de la réaction.

M. Chassevent a bien voulu sur notre demande, mesurer ce dégagement de la chaleur par la méthode qu'il a appliquée à l'étude des plâtres. Cette méthode consiste à observer l'élévation progressive de température d'un mortier dans un calorimètre à enveloppe d'eau, dont la température est maintenue à chaque instant égale à celle de l'échantillon étudié au moyen d'un chauffage à résistance électrique. Il a fait l'expérience sur un mortier composé comme suit :

Ciment alumineux	100 gr.
Sable de Fontainebleau.	300 „
Eau	80 „

Les échauffements observés ont été les suivants :

Heures	1	2	3	4	6	8	10	11	12
Températures	1°	2°	3°,5	6°,3	17°,5	30°	45°	50°	50°

L'élévation totale a donc été de 50°. On remarquera que l'échauffement s'arrête brusquement, tandis qu'il aurait semblé plus naturel de le voir se ralentir progressivement à mesure que la proportion de ciment non encore hydraté diminue. Ce ralentissement ne se produit pas, parce que l'élévation continue de la température accélère les réactions et vient ainsi compenser la diminution des éléments actifs.

Ces nombres permettent de calculer la chaleur dégagée pendant l'hydratation du ciment. On a pris pour chaleur spécifique du ciment 0,19, du sable 0,20 et de l'eau combinée 0,5. On trouve ainsi :

7,35 calories-kilog pour 100 gr. de ciment.

En partant de ce nombre, on peut calculer la température que prendrait la masse de ciment pur gâchée avec 40% de son poids d'eau et enfermée dans une enveloppe imperméable à la chaleur et aux gaz ou vapeurs. On trouve ainsi 190°. Cela explique les explosions très violentes obtenues avec de gros cubes de ciment pur. La

tension de la vapeur d'eau peut atteindre au centre de la masse un grand nombre d'atmosphères.

Cette élévation de température des mortiers donne la raison d'un fait souvent

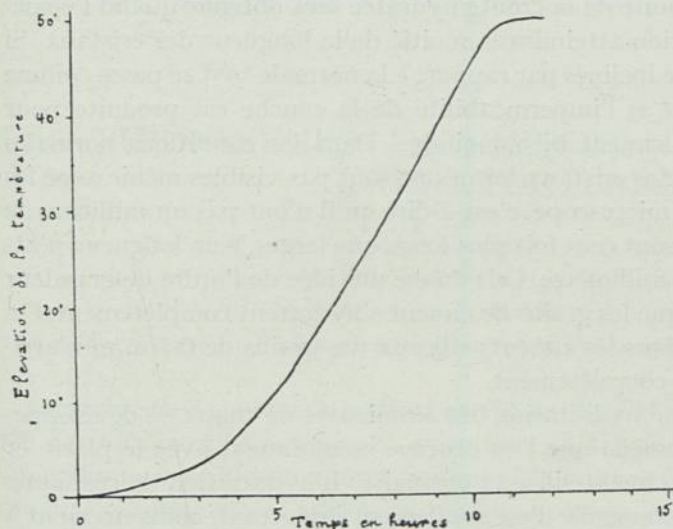


FIG. 3

observé. Les grosses masses de béton présentent après leur solidification une dureté moindre au centre que vers les parois extérieures. Cela tient à ce qu'en raison du faible refroidissement extérieur, la température intérieure peut dépasser de 50° la température ambiante et atteindre ainsi 70° et plus. A cette température, la tension de la vapeur d'eau est assez élevée pour provoquer une distillation active de l'eau qui s'évapore des parties centrales

pour aller se condenser vers la surface extérieure; il ne reste plus alors assez d'eau au centre pour permettre le durcissement complet du mortier.

CRISTALLISATION

Le mécanisme de la cristallisation des hydrates formés pendant le durcissement est celui que l'un de nous a indiqué depuis longtemps pour tous les liants hydrauliques. L'aluminate de chaux anhydre est beaucoup plus soluble que l'aluminate hydraté. D'après M. Lafuma, le ciment fondu agité au contact de l'eau laisse dissoudre au bout d'une heure un poids total d'alumine et de chaux d'environ 3 gr. par litre, tandis que la solubilité de l'aluminate hydraté est dix fois moindre. Il se forme ainsi une solution sursaturée, qui laisse peu à peu cristalliser le sel hydraté.

On sait que les formes et dimensions des cristaux qui se séparent des solutions sont extrêmement variables avec toutes les conditions de l'expérience, notamment avec la concentration et la température. Les cristaux se déposant des solutions sursaturées sont en général constitués par des aiguilles très fines, dont la longueur dépasse souvent cent fois le diamètre.

Cet allongement des cristaux présente une importance capitale pour le développement de la solidité des mortiers. D'une part, il permet l'enchevêtrement de ces longues aiguilles à la façon des fibres d'un tissu et est ainsi une cause directe d'agglomération de la masse. Mais il joue un rôle plus important encore. Les cristaux hydratés forment autour des grains primitifs du ciment une enveloppe qui finit

par former une couche compacte et imperméable empêchant ainsi la continuation de l'hydratation. Il est facile de voir que si l'on suppose les cristaux implantés normalement à la surface des grains de ciment et le volume de l'hydrate double de celui du sel anhydre, la continuité de la croûte hydratée sera obtenue quand l'épaisseur du ciment entré en action atteindra la moitié de la longueur des cristaux. Si les cristaux sont au contraire inclinés par rapport à la normale tout se passe comme si leur longueur était réduite et l'imperméabilité de la couche est produite pour une épaisseur attaquée du ciment bien moindre. Dans les conditions normales d'hydratation, les contours des cristaux formés ne sont pas visibles même avec les plus forts grossissements du microscope, c'est-à-dire qu'il n'ont pas un millièème de millimètre d'épaisseur; s'ils sont cent fois plus longs que larges, leur longueur n'atteint pas alors un dixième de millimètre. Cela donne une idée de l'ordre de grandeur de la finesse nécessaire pour que les grains de ciment s'hydratent complètement. On sait depuis longtemps que dans les ciments siliceux des grains de 0,1 m/m n'arriveront jamais à s'hydrater complètement.

On pouvait craindre, dans l'hydratation des aluminates de chaux, le développement accidentel d'un phénomène que l'on observe couramment avec le plâtre et à un moindre degré avec le ciment siliceux ordinaire. L'hydratation de ces liants par la vapeur d'eau est accompagnée d'un gonflement important, contrairement à ce qui se passe au sein de l'eau liquide. On voit souvent les sacs de ciment ou de plâtre, abandonnés à l'air humide, gonfler puis crever. Il était naturel de penser que les aluminates de chaux, facilement hydratables, donneraient lieu au même gonflement d'une façon plus accentuée encore. Il n'en a rien été. Reprenant une technique employée autrefois par l'un de nous dans des études sur le plâtre, nous avons enfermé du ciment alumineux dans un tube en papier filtre autour duquel une ficelle était enroulée en hélice. Dans ces conditions le plus léger gonflement se manifeste par la saillie du papier de l'enveloppe entre les spires de la ficelle. Un tube semblable conservé pendant six mois dans une atmosphère saturée d'humidité n'a montré aucun gonflement, bien que le poids d'eau absorbée ait atteint 45% du poids du ciment, quantité d'eau égale à la totalité de celle qui peut être fixée par hydratation. La loi de variation de l'eau absorbée en fonction du temps a été la suivante.

Après	2 mois	5 mois	7 mois
Eau fixée	24%	36%	40%

Il ne semble donc pas que cet inconvénient du gonflement à l'humidité soit à redouter pour les ciments alumineux, du moins pour ceux de composition normale. Peut-être en serait-il autrement avec les ciments plus riches en chaux, renfermant de l'aluminate tricalcique.

LES PHÉNOMÈNES THERMIQUES DE LA PRISE DU CIMENT PORTLAND

par

P. JOYE

Professeur à l'Université de Fribourg (Suisse)

Le problème de la détermination, en valeur absolue, de l'énergie calorifique libérée par un ciment effectuant sa prise sous l'action de l'eau, présente un intérêt scientifique, doublé d'un intérêt pratique. D'une part, la prise du ciment libère une importante quantité de chaleur et dure une période de temps éminemment variable, selon la température du milieu où se produit la réaction; la constitution si complexe du ciment, le processus encore mal connu de sa transformation, les circonstances physiques sous lesquelles elle se produit, déterminent la quantité de chaleur dégagée. D'autre part, les propriétés du ciment qui occupent plus spécialement l'ingénieur, sa résistance, les tensions auxquelles il est soumis par la distribution inégale de la température au moment de la prise, le retrait dont il est affligé, dépendent étroitement de l'ensemble des propriétés physiques du ciment. Du même point de vue pratique, on peut se demander si quelques unes de ces propriétés dont la détermination est relativement sûre et facile, ne pourraient pas servir de test, pour la fixation de normes non empiriques de la valeur d'un ciment.

Pour aborder ce problème, on s'est fondé sur les postulats adoptés par Berthelot et Thomsen lorsqu'ils étudiaient la chaleur de réaction d'une combinaison chimique et l'on a utilisé, mutatis mutandis, des procédés expérimentaux analoges ¹⁾.

I

Chaleur spécifique du ciment. La détermination de la chaleur de prise, nous appelons ainsi la quantité de chaleur libérée dans le durcissement de 1 Kg. de ciment, exprimée en grandes calories, nécessite la connaissance de la chaleur spécifique du ciment. Elle a été obtenue par divers procédés, sur un ciment (Klinker en poudre d'Holderbank) que nous avons utilisé dans la plupart de ces recherches et dont l'analyse chimique est la suivante:

¹⁾ Parmi les recherches publiées jusqu'ici dans le domaine des propriétés thermiques du ciment Portland, il faut spécialement citer „Dr. F. Killig. Die Wärmeerscheinungen beim Abbinden von Portlandzement. Zement, J. 1919 S. 449.”

Éléments insolubles	0,36%	La chaleur spécifique calculée en se fondant sur
SiO ₂	20,08%	cette analyse, d'après la méthode et les tables que
Fe ₂ O ₃	3,92%	Winkelmann a données pour les divers groupements
Al ₂ O ₃	6,28%	chimiques, est de 0.199. La détermination par la
CaO	63,58%	méthode ordinaire des mélanges, a fourni 0,195.
MgO	2,02%	Pour l'exécuter, on enferme une quantité connue
CO ₂ Ca et SO ₄ Ca	2,79%	de ciment dans une boudruche étanche; le tout était
H ₂ O	0,95%	amené à la température de l'eau bouillante et trans-
		porté ensuite dans le calorimètre. La méthode électrique, dans laquelle on chauffe
		au moyen du courant, dans un vase calorimétrique, un mélange de ciment et de
		toluol, a donné 0.199.

La valeur indiquée dans les recherches de M. le Dr. Hart ¹⁾ sur du Klinker-ciment commercial courant dont la composition suit, est de 0.186;

SiO₂ 22%

R₂O₃ 12,8%

CaO 62,9%

MgO 1,0%

En lui appliquant le calcul théorique, on trouve 0,196.

La chaleur spécifique du ciment pris, obtenu avec 25% d'eau, a été trouvée égale à 0,332 pour un bloc, et à 0,334 pour du ciment pris réduit en poudre. Après avoir desséché ce dernier à la température de 110—115° jusqu'à poids constant, la perte en eau a été de 9,9%. En appliquant la règle des mélanges, dans laquelle on attribue à l'eau chimiquement liée la chaleur spécifique de 0,5 qui est celle de la glace, le calcul donne 0,323 pour le ciment pris.

La détermination exacte de la chaleur spécifique du ciment pris, desséché à poids constant, a fourni 0,244, alors que le calcul indique 0,241. Ces chiffres sont en bonne concordance avec ceux que donne Hart.

Méthode calorimétrique. Pour le calcul de la quantité de chaleur dégagée dans la prise, on peut utiliser les coefficients caloriques que les corps mis en présence possèdent avant la réaction, ou les coefficients des corps formés au cours de la réaction. Nous avons préféré la première méthode, afin de ne pas avoir à déterminer après chaque essai, selon le procédé indiqué au paragraphe précédent, la chaleur spécifique du corps produit et la quantité d'eau hygrométrique qu'il contient. Si la quantité de chaleur dégagée dans la prise est indépendante de la température maximum atteinte au cours de la réaction, les deux modes de calcul donnent le même résultat. Or ce n'est pas toujours le cas.

M , étant le poids de ciment, c , sa chaleur spécifique, M' , la quantité d'eau totale, M'' la capacité calorifique des corps inertes, (sable, gravier, accessoires expérimentaux), $(t_2 - t_1)$ la différence de température observée, P , les pertes de chaleur par conductibilité, convection et rayonnement, λ , la quantité de chaleur dégagée par kg. de ciment, on a:

$$\lambda = \left(c + \frac{M'}{M} + \frac{M''}{M} \right) (t_2 - t_1) + \frac{P}{M}$$

¹⁾ Thon. Ind. Z. J. 25, S. 1157.

La durée d'une expérience est beaucoup plus étendue que dans une détermination calorimétrique usuelle, qui, en règle générale, nécessite 20 à 30 minutes au plus. Il faut compter par heures pour atteindre le maximum de température qui marque la fin de la réaction, de 5 à 24 heures, suivant la quantité de masse en réaction, la proportion d'eau, la température du milieu ambiant et les conditions d'isolement thermique. On comprend que dans ces circonstances, les pertes de chaleur introduisent une cause d'erreur qui peut masquer presque entièrement la véritable allure du phénomène. Pour étudier au laboratoire les étapes de la prise, il est de toute nécessité de procéder à l'expérience dans un milieu où l'isolement thermique est aussi parfait que possible.

Observations dans de grands ouvrages en béton.

Les réactions de prise qui se passent dans un grand ouvrage en béton s'opèrent sous des conditions d'isolation thermique qui ne peuvent être reproduites au laboratoire. Ainsi, les mesures qui ont été exécutées dans de grands barrages, comme celui de Barberine, ou de Waeggital,

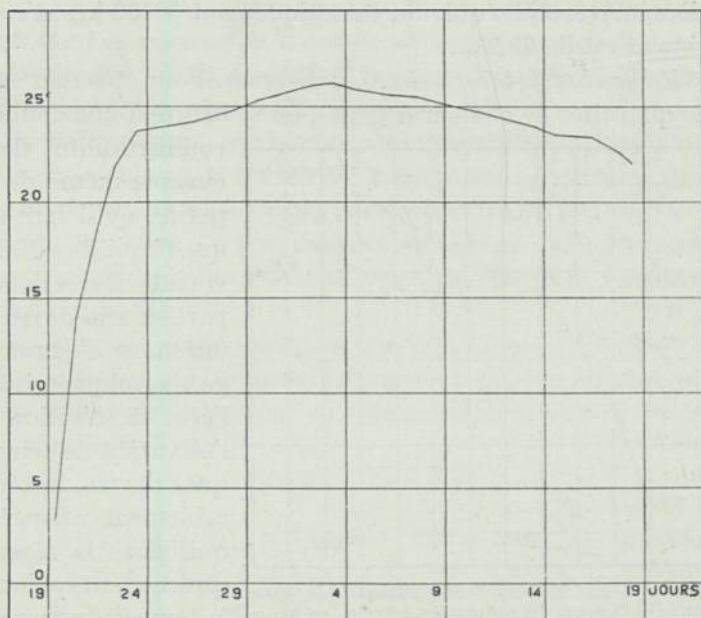


FIG. 1. Phénomène de prise dans une grande masse de béton. En abscisses: le temps en jours datés, en ordonnées, les températures lues.

permettent un calcul de la chaleur dégagée, appliqué à un kg. de béton qui entoure le thermomètre électrique servant à la mesure de la température, à condition que la masse de béton qui enrobe le thermomètre soit de dimensions suffisantes et mise en place sans arrêt. Il faut de plus que le bloc ne soit pas réchauffé par les blocs voisins dont la prise est plus avancée et qui dissipent de tout côté leur propre chaleur. Ces conditions se sont trouvées réalisées au barrage de Barberine dans un bloc de 350m³ environ. On a pu connaître facilement la température de départ au moment de la mise en place du thermomètre à peu de chose près au milieu de la masse, et l'on a suivi ses indications que reproduit la figure 1.

Les masses ou volumes des constituants étaient pour 1 m³. de béton de densité 2,4: ciment 300 kgs., sable 433 litres, gravier 724 l. eau 188 l. La chaleur spécifique du ciment, sable et gravier a été adoptée à 0,2. L'élévation de température c-à-d. la différence entre le maximum de température et la température à la mise en place est de 23°. On trouve qu'un kg. de ciment dégage dans la prise 46 cal. En introdui-

sant, en raison des vides, certaines corrections relatives à la densité et à la réduction des litres en masses, on arrive au chiffre de 48 cal.

Les mesures s'étendent sur un mois entier; l'allure du graphique dans la partie descendante indique un refroidissement très lent qui trouve sa cause dans la faible conductibilité thermique de l'énorme masse de béton au centre de laquelle a lieu la mesure. La valeur ainsi obtenue est probablement trop faible, toutes les causes d'erreur agissent dans le sens de sa diminution. Remarquons que la durée de la prise s'étend sur quatorze jours, ce qui n'a rien d'étonnant, si l'on constate que la matière inerte solide équivaut thermiquement à 388 kgs. d'eau. La concentration eau-ciment est de 62,2%.

Recherches de laboratoire. Les procédés. Pour effectuer au laboratoire les mesures de quantités de chaleur dégagée, on se heurte à une double difficulté pratique. La

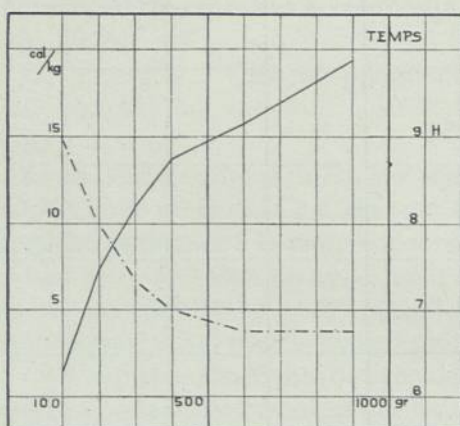


FIG. 2. Chaleur de réaction en fonction de la masse. Durée de la prise, les ordonnées, à droite, en heures

la conductibilité thermique d'un bloc de ciment, même de faible dimension, est si petite, qu'il faut un temps très long pour que l'équilibre de la température soit établi entre le bloc et l'eau du calorimètre. D'autre part si, afin de réduire les pertes, on choisit une masse d'eau assez grande et que l'échange thermique soit facilité, par exemple, par l'état de division de la masse de ciment, l'élévation de température est faible, quelques degrés, le temps de prise est considérablement allongé. Tous les phénomènes qui, dans la réaction, peuvent dépendre directement ou indirectement du niveau de la température sont fatalement écartés par ce dispositif expérimental. On est amené à réduire de plus en plus et même à supprimer l'eau du calorimètre, pour déterminer au sein du bloc de ciment, l'effet thermique; on renouvelle ainsi, à échelle très réduite, les conditions expérimentales qu'on rencontre dans les barrages. On obtient ainsi, avec le ciment pur, des réactions plus intenses, plus rapides, des températures plus élevées, mais alors l'isolement thermique joue un rôle prépondérant dans l'exactitude des résultats. Il peut être amélioré en travaillant sur des masses de ciment assez grandes, en laissant s'opérer la réaction dans un milieu quasi adiabatique. La quantité de ciment, dans nos essais le plus souvent 600 gr., gâché avec la quantité d'eau nécessaire, est mise dans une boîte en fer blanc, munie d'un couvercle; elle est placée au centre d'un vase cylindrique de Dewar assez profond. Un couple thermoélectrique de cuivre-constantan mesure la température au centre de la masse par un galvanomètre dont les déviations sont enregistrées sur un tambour qui, en 24 h., effectue un tour de révolution.

L'influence de la masse de ciment sur l'isolement thermique ressort nettement de la fig. 2. (courbe en trait plein) où sont portées en abscisses, les masses de ciment,

en ordonnées, à gauche, la chaleur de réaction en cal/kg. Les conditions extérieures d'isolement sont restées les mêmes dans tous ces essais.

La valeur maximum atteinte ne dépasse pas 19,4 cal/kg, la courbe n'a pas encore pris une allure asymptotique à l'abscisse. Des perfectionnements apportés, au cours de recherches plus récentes, à la fermeture du vase Dewar, pour éliminer les transports de chaleur par convection de l'air, quelques dispositifs expérimentaux spéciaux, nous ont permis d'obtenir des valeurs de plus en plus élevées, (33,6 cal/kg), n'atteignant de loin pas le résultat du barrage de Barberine. Dans tous ces essais, où l'on cherchait avant tout l'amélioration des conditions expérimentales, la masse de ciment était de 600 gr. et la quantité d'eau de 25%. Limité dans les progrès, nous avons alors fait quelques essais en portant le poids de ciment à 800 gr., on a obtenu 37,2 cal/kg. En enfermant dans un bloc de ciment qui effectue sa prise, une masse de ciment de 400 gr. séparée du bloc par un intervalle d'air, on a pu obtenir 38,9 cal/kg; enfin en portant à la limite nos possibilités expérimentales, nous avons utilisé une masse de ciment de 2300 gr. pour atteindre 39,1 cal/kg; ces derniers résultats sont sujets à caution, la température maximum ayant dépassé 100°; les phénomènes de vaporisation de l'eau, sans récupération possible, viennent certainement augmenter les causes d'erreur.

La figure 3 reproduit les courbes expérimentales qui ont donné 33,6 et 39,1 cal/kg. Le point d'inflexion inférieur, où la courbe commence à s'élever et celui qui se trouve au milieu de l'ascension correspondent au commencement et à la fin du durcissement mesuré par l'aiguille de Vicat ¹⁾.

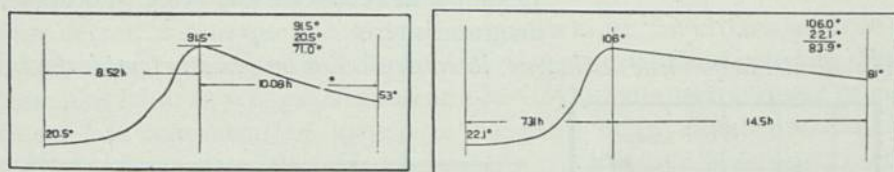


FIG. 3. Courbes de prise. En abscisses, le temps, en ordonnées, la température

L'isolement peut être apprécié en déterminant par la courbe, le coefficient h de conductibilité extérieure du système; il est représenté par :

$$h = C \frac{1}{Z} \log \frac{T_M}{T_Z} \frac{\text{cal.}}{\text{cm}^2 \cdot \text{heures}}$$

T_M température maximum, T_Z température après le temps Z de refroidissement, C constante dépendant de la chaleur spécifique du système et de la surface de refroidissement. Cette relation, calculée pour chaque essai, permet de comparer les conditions d'isolement.

Durée de la prise. La durée de la prise est la grandeur qui varie le plus avec la qualité du ciment et les conditions expérimentales. Sur la fig. 2, la courbe (traits interrompus) donne l'allure du temps de prise, en fonction de la masse. C'est évidem-

¹⁾ Killig, loc. cit.

ment à une relation secondaire, la fonction directe résidant entre la température et le temps de prise, comme le montre la fig. 4 qui résume des essais, où l'on avait maintenu constante la température du milieu dans lequel plongeait le ciment. L'ex-

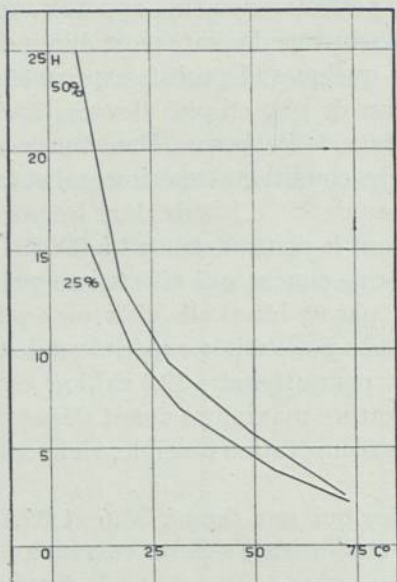


FIG. 4. Influence de la température du milieu sur le temps de prise

périence a porté sur la teneur en eau de 25 et 50%. En abscisses, sont marquées les températures du milieu, en ordonnées, le temps de prise. L'étude de la durée de prise, en raison de sa grande sensibilité, pourra éventuellement servir à fixer les propriétés d'un ciment, comme le montreront plus loin quelques comparaisons entre la durée de la prise et la résistance à l'écrasement.

On sait depuis longtemps que l'élévation de température active les réactions chimiques; on peut même facilement calculer la vitesse de la réaction de prise; quelques essais nous ont montré que la courbe de prise, telle qu'elle est figurée plus haut fig. 3, doit être décomposée en plusieurs segments, un premier relatif à la dissolution de la chaux, un second à la période de sursaturation ou de colloïdation, enfin la période de prise proprement dite ou de cristallisation. On peut remarquer, dans tous les essais, des points d'inflexion dont l'étude de leur origine doit présenter un grand intérêt.

Relation entre la quantité de chaleur, la concentration en eau et la température. Tous

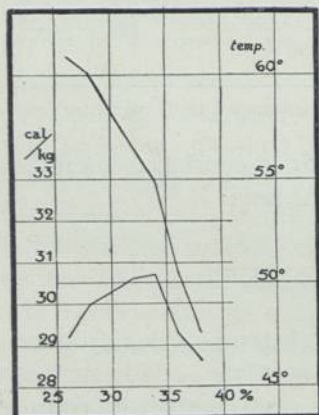


FIG. 5. Différence de température et quantité de chaleur dégagée en fonction de la teneur en eau

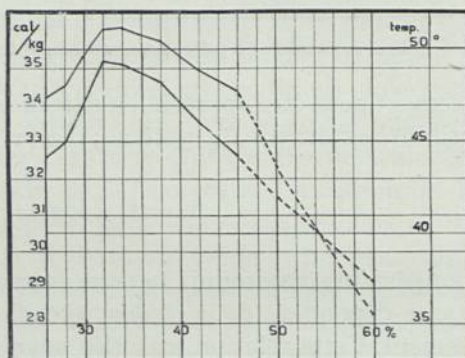


FIG. 6. Différence de température et quantité de chaleur dégagée en fonction de la teneur en eau, à masse constante d'eau

ces phénomènes sont cependant liés à une question d'une importance fondamentale qui doit, avant toute autre, être abordée. L'eau qui n'est pas chimiquement liée,

a-t-elle une action sur la quantité de chaleur dégagée, ou se comporte-t-elle comme un corps inerte déterminant uniquement le niveau maximum de la température?

Pour résoudre ce problème, nous avons déterminé, en premier lieu, la quantité de chaleur en fonction de la proportion d'eau, de 26 à 38 %. La courbe inférieure de la fig. 5 montre un accroissement marqué, quoique assez faible de la chaleur de réaction avec la dilution jusqu'à 32—34 %, puis une chute rapide aux teneurs en eau plus élevées. La courbe supérieure est celle des différences de température entre le maximum et la température au départ de l'expérience. Elle s'étend de 60 à 47° et a une allure presque rectiligne.

Dans une autre série d'essais, on a maintenu la quantité d'eau constante à 46 %, soit 276 gr. pour 600 gr. de ciment, en variant d'une expérience à l'autre, la proportion d'eau incorporée au ciment, de 26 à 46 % : le surplus était renfermé dans une baudruche étanche noyée dans le ciment.

Dans ces conditions, les quantités de matières mises en présence restant constantes, l'augmentation de température due à la prise doit rester constante, si la chaleur de réaction est indépendante de la concentration comme de la température. La fig. 6 montre clairement que tel n'est pas le cas. La différence de température, représentée par la courbe supérieure (ordonnée à droite), passe par un maximum et

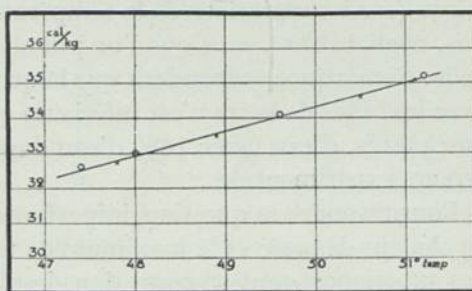


FIG. 7. Quantité de chaleur dégagée en fonction de la différence de température

ensuite décroît, tandis que la courbe analogue de la fig. 5 n'a, dans la partie correspondant au maximum, qu'une légère inflexion ; la quantité de chaleur dégagée a, comme plus haut, sa plus grande valeur à 32—34 %, puis décroît quasi proportionnellement à la concentration, mais avec une pente moins rapide que dans la série précédente. En poursuivant dans les mêmes conditions d'isolement, cette série d'essais par des déterminations à 50 et 60 % d'eau, les quantités de chaleur dégagée, viennent se placer exactement sur la droite prolongée issue du point figuratif à 46 % (en traits espacés).

Si l'on porte en abscisses, (fig. 7), la différence des températures, en ordonnées, les chaleurs de réaction, on trouve, aux erreurs d'expérience près, une droite passant, soit par les points obtenus avec les valeurs croissantes (marquées par un rond), soit par les points fournis par les valeurs décroissantes (marquées par une croix).

Enfin dans une troisième expérience, on a remplacé une partie de l'eau par un corps inerte. Dans 600 gr. de ciment, gâché avec 32 % d'eau, on a introduit des perles de verre de chaleur spécifique connue, en quantité thermiquement équivalente à 18 % d'eau. La quantité de chaleur dégagée a été de 34,4 cal/kg alors que le ciment à 50 % d'eau n'a libéré que 31,5 cal/kg. Dans cet essai, en raison de l'incorporation du verre, les conditions d'isolement thermique, estimées par le coefficient h de conductibilité extérieure, étaient moins parfaites que dans l'essai à 50 % d'eau

qui sert de comparaison; la quantité de chaleur obtenue avec le corps inerte ajouté, est donc un peu trop faible.

De cet ensemble de résultats nous pouvons tirer les conséquences suivantes: la quantité de chaleur dégagée, en fonction de la concentration passe par un maximum; pour des teneurs en eau plus élevées que celle qui correspond au maximum, l'excès d'eau change les conditions de réaction, puisque celle-ci n'agit pas comme un corps thermiquement inerte; sachant que la quantité d'eau chimiquement liée est d'environ 15—16 %. le surplus doit avoir, à partir de 32—34 %, une action inhibitrice pour la réaction, par changement des conditions de dissolution ou de colloïdation. L'étude entre 15 et 34 % doit être reprise par le procédé des perles de verre ou par un procédé équivalent. Le résultat consigné à la figure 7 montre une dépendance entre la quantité de chaleur dégagée et la température maximum atteinte (car les variations de la température de départ ont toujours été, dans ces essais, négligeables), sans que l'on puisse dire qu'il s'agit là d'une relation fonctionnelle. Remarquons cependant que la quantité de chaleur dégagée dans l'expérience avec les billes de verre n'est inférieure que de 0,8 cal/kg, soit 2,3 %, de celle obtenue à 32 % d'eau (avec 14% d'eau dans la baudruche), ce qui est dans l'ordre des erreurs expérimentales.

Pour résoudre la question, importante aussi, de la dépendance entre la quantité de chaleur dégagée et le maximum de température atteint au cours de la réaction, des expériences sont en cours dans lesquelles la chaleur de prise est déterminée en partant de températures de départ très diverses. Quelques-unes de nos recherches antérieures peuvent cependant nous orienter dans cette question. Elles ont été exécutées dans des conditions d'isolement thermique beaucoup plus précaires que celles que nous utilisons actuellement; elles ne doivent donc servir qu'à des comparaisons limitées aux résultats obtenus dans les mêmes conditions expérimentales. Le tableau ci-dessous compare les quantités de chaleur dégagée en fonction de la teneur en eau, lorsque la réaction a lieu dans une enceinte dont la température est maintenue constante à 5, 15, 31, 50 et 72°.

% d'eau	5°	15°	31°	50°	72°
20	20,6	—	19,4	16,8	—
25	23,3	20,3	23	19,8	14
33	24,3	21,5	26	26,5	17,7
40	21,9	22,1	28,2	25,2	17,2
50	21	21,3	25	28,5	19,6

On voit immédiatement que les quantités de chaleur dégagée sont différentes, selon la température du milieu ambiant et suivent en fonction de la concentration des allures diverses. Les échantillons à 31° et 50° libèrent le plus de chaleur, de 25 à

29 cal/kg, et présentent, suivant le pourcentage d'eau, les plus grandes différences. Celles-ci s'atténuent à 5° et à 15°. Sans vouloir entrer ici dans une discussion sur les processus de la prise, on pourrait facilement admettre des stades d'état de cristallisation différents, dont la présence serait conditionnée par le maximum de température atteinte, comme on en rencontre des exemples dans les variétés allotropiques de divers corps.

Cet effet de la température du milieu s'observe d'ailleurs aussi sur la résistance à l'écrasement du ciment pris. Les courbes (fig. 8) de résistance (en traits discontinus) et de la température maximum (en trait plein), en fonction de la concentration en eau, ont même allure, tandis que la durée de la prise suit une marche inverse de ces deux grandeurs.

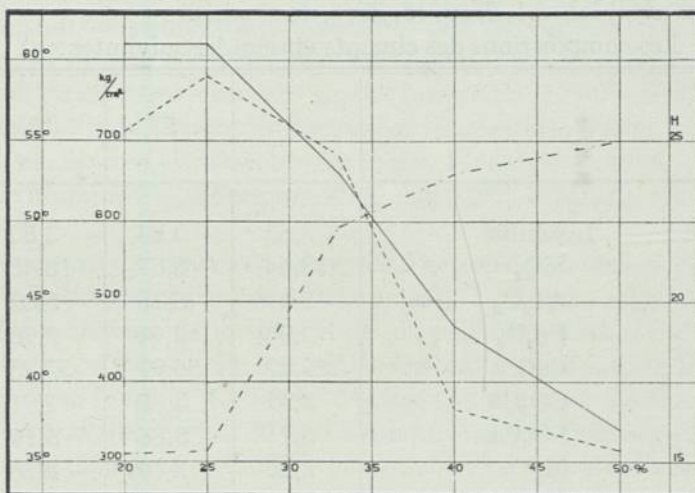


FIG. 8. Résistance Température maximum — et temps de prise ----, en fonction de la teneur en eau

Enfin, on a rassemblé, fig. 9, divers résultats d'essais montrant la dépendance

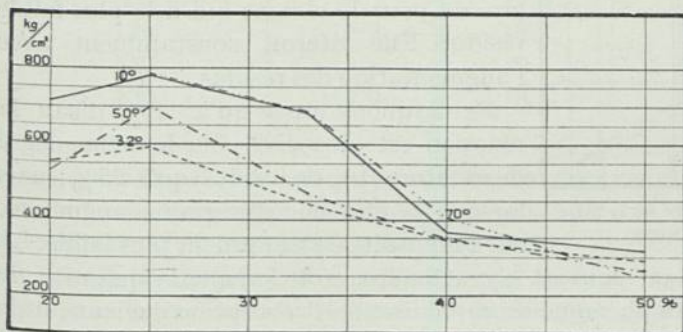


FIG. 9. Résistance en fonction de la teneur en eau, à diverses températures ambiantes durant la prise

sont de 10 et 70° ou encore de 31 et 50°, les premières étant les plus élevées. Ce fait est favorable à l'hypothèse des variétés d'état cristallin suivant la température.

II

Relations entre la quantité de chaleur dégagée et la finesse du ciment. — En se fon-

dant sur les hypothèses émises par divers auteurs concernant le rôle dans la prise, du degré de finesse du ciment, on a déterminé, par les procédés décrits plus haut, la chaleur de réaction d'une qualité de ciment dont le blutage au tamis de 4900 mailles avait laissé 1, 5, 10, 15, 25 % de résidus.

Les compositions des ciments étaient les suivantes :

	1	5	10	15	25%
Insoluble	3,63	3,83	3,80	3,95	4,09%
SiO ₂	18,64	18,57	18,48	18,45	18,33%
Al ₂ O ₃	5,42	5,36	5,62	5,47	5,47%
Fe ₂ O ₃	2,93	2,94	2,98	2,93	2,93%
CaO	56,80	56,97	57,43	56,58	56,92%
CO ₃ Ca	3,57	3,30	2,91	3,37	3,14%
SO ₄ Ca	5,71	5,66	5,19	5,66	5,64%
MgO	2,26	2,19	2,28	2,24	2,22%
H ₂ O	1,09	1,22	1,34	1,34	1,28%

Les différences de composition sont si faibles que leur effet est négligeable.

On a jusqu'ici étudié les quantités de chaleur dégagée avec les teneurs en eau de

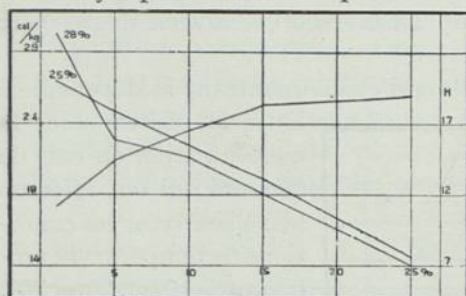


FIG. 10. Chaleur de prise et durée de la prise en fonction du degré de finesse

25 et de 28%. Les courbes, (fig. 10) montrent nettement le rôle important que joue le degré de finesse. La chaleur de prise est la plus grande pour le ciment qui a le plus faible résidu. Elle décroît constamment avec l'augmentation des résidus.

Remarquons aussi qu'à 28% d'eau la réaction est plus vive pour le même degré de mouture (1% de résidus) qu'à 25% : mais lorsque la grosseur des grains augmente, elle est ensuite constamment plus faible. La

durée de la prise, comme on pouvait s'y attendre, croît lorsque la quantité de chaleur libérée diminue. Les phénomènes capillaires et d'adsorption deviennent de plus en plus importants avec l'augmentation de finesse du ciment ; la quantité d'eau mécaniquement interposée est ainsi plus grande dans les poudres fines. Un degré de finesse plus élevé permet une colloïdation plus complète et plus rapide, en conséquence une réaction plus intense par participation plus intime des corps en présence à la transformation chimique ; dans cette manière de voir, l'adsorption et l'augmentation d'eau hygrométrique qu'elle implique, ne jouerait qu'un rôle secondaire dans la quantité de chaleur dégagée. Ces essais seront d'ailleurs complétés par l'étude de l'influence du degré de finesse sur la résistance à diverses concentrations en eau.

III

Adjonction au ciment de matières silicieuses en poudre très fine. En raison des observations et des études qui ont été publiées à plusieurs reprises, sur l'adjonction de matières inertes au ciment et sur leur comportement très divers, nous avons entrepris l'étude de l'adjonction de matières siliceuses sur les propriétés thermiques du ciment. La matière choisie a été la poudre de diatomées (Kieselgur), traitée par l'acide chlorhydrique, lavée, essorée et desséchée au rouge. L'analyse chimique a révélé la présence de fer et alumine 2%, silice pure 90%, eau 2,2%, substances non dosées, 1,73%.

Les premiers essais ont comparé, à teneur en eau égale, l'action de la silice, (c'est ainsi qu'à l'avenir nous appellerons la poudre de diatomées), à celui du sable dit normal. Du fait de l'extrême finesse de la silice et de son pouvoir adsorbant, il a fallu augmenter la proportion d'eau, ce qui naturellement eut aussi lieu dans les expériences comparatives avec le sable. La masse de ciment a été prise à 600 gr. avec 25% d'eau; le sable ou la silice pesait 80 gr. La quantité d'eau additionnelle a été variée et cette eau était incorporée à la silice ou au sable. Le tableau suivant résume les premières expériences:

Eau additionnelle	Chaleur dégagée		Temps de prise	
	sable cal/kg.	silice	sable heures.	silice
80 gr.	16	17,8	15	11,40
120	16,2	18,2	16	12,20
160	15,4	20	16,30	13,40
200	14,9	18	17,30	13,50

La réaction est plus intense dans le ciment contenant de la silice: le maximum a lieu pour une proportion d'eau plus élevée, tandis que, pour le sable, on retrouve la décroissance avec la teneur en eau qui a déjà été signalée. Dans ces essais, l'eau additionnelle avait été ajoutée préalablement au sable ou à la silice, environ 100 heures avant le gachage de l'échantillon étudié. Quelques observations nous avaient montré des différences, selon le moment où l'eau additionnelle était introduite en contact avec la silice. Si la silice *sèche* est incorporée au ciment par un brassage énergique, la quantité de chaleur dégagée est d'environ 20% plus élevée que lorsqu'elle est mouillée à l'avance. Ces essais ont été poursuivis à titre comparatif, sans rechercher les meilleures conditions d'isolement thermique.

Avec nos dispositifs mieux isolés, nous avons procédé à quelques recherches de la quantité de silice à ajouter au ciment pour obtenir le plus grand dégagement de chaleur. Voici les résultats les plus importants et les conditions dans lesquelles ils ont été obtenus. Masse totale de ciment et de silice 600 gr. Quantité d'eau incorporée

pour la prise: le 25% du poids du ciment, augmenté de 30, 40, ou 80 gr. La quantité totale d'eau varie ainsi de 33 à 43% du poids du ciment.

Le ciment et la silice se répartissaient ainsi: A) ciment 566 gr. silice 34 gr. (6%): B) ciment 555,5 gr. silice 44,5 gr. (8%): C) ciment 540 gr. silice 60 gr. (11%).

La quantité de chaleur dégagée par le ciment avec 25% d'eau, sans adjonction de silice, dans les mêmes conditions expérimentales, est de 29,2 cal/kg.

Le mélange à 6% de silice a dégagé 33 cal/kg de mélange

8	35,5	„
11	31	„

Dans les trois séries, la quantité de chaleur dégagée est la même, quelle que soit la masse de l'eau additionnelle. Cette constatation est contraire à celle qui a été observée sur le ciment pur dans lequel l'augmentation de l'eau abaisse la quantité de chaleur, à partir d'une teneur en eau de 32—34%. Le maximum de la température varie donc dans la proportion inverse de la capacité calorifique totale: autrement dit, avec l'adjonction de silice, la chaleur de prise est indépendante de la teneur en eau. Nos expériences n'ont pas été poussées assez loin pour pouvoir préciser le rôle de la silice: nous croyons cependant que celle-ci a une double action. En premier lieu, par la propriété qu'elle possède à un haut degré de prendre très facilement, sous l'action de l'eau, l'état colloïdal, elle favorise la réaction en activant la période préparatoire: en second lieu, elle lie la partie de la chaux restée libre dans le ciment. On comprend que dans ces conditions, la chaleur de réaction soit indépendante de la quantité d'eau. Le temps de prise est aussi raccourci en comparaison de celui que présente le ciment sans silice, mais avec le même pourcentage d'eau.

DISCUSSION

M. l'Ing. M. PERFETTI, Rome

Le prof. Joye a dit, qu'au laboratoire les recherches de la chaleur de réaction dégagée par la prise du ciment pur, ont donné des valeurs, inférieures à celles, obtenues dans les grands ouvrages, parce qu'il y a une cause d'erreur, qu'il est difficile d'éliminer complètement.

Le prof. Joye estime plus exacte la valeur de cette chaleur calculée, quand on connaît les dosages et l'excès de la température de prise sur la température initiale, dans un grand massif en béton.

Moi, j'observe: pour ce calcul on a besoin d'effectuer les déterminations de la chaleur spécifique du sable et du gravier, employés dans le béton, qui donnent aussi lieu à des erreurs.

On doit aussi calculer dans ce cas la transmission de la chaleur, bien qu'elle soit faible, de la surface du massif en béton.

Chaque détermination a une cause d'erreur, qui joue un rôle dans la formule pour la calcul de la valeur cherchée.

Je ne suis pas sûr, que les erreurs, qu'on fait avec cette méthode, soient inférieures aux erreurs, qu'on a dans la méthode directe du laboratoire.

M. FÉRET, Boulogne,

demande à M. Joye si dans les essais comparatifs qu'il a faits en additionnant le ciment soit de kieselgur, soit de sable normal siliceux, ce dernier était à l'état grenu ou en poudre très fine.

M. Joye ayant répondu que le sable était à l'état grenu, M. Féret dit qu'il aurait été intéressant de vérifier si la présence de sable siliceux en poudre fine avait, comme celle du kieselgur, la propriété de modifier les phénomènes thermiques observés. Il rapporte des essais de résistance ayant montré que, même après 6 ans de durcissement, du quartz moulu et passé au tamis de 4900 mailles est resté sans influence chimique sur le ciment. Il regrette de ne pas avoir sur lui le cliché tradui-

sant cette expérience, et l'apportera demain pour le présenter en même temps que la communication pour laquelle il est inscrit.

Réponse de M. le Prof. JOYE

Les déterminations de chaleur spécifique étaient faites pour les roches, le sable et le gravier, afin de pouvoir les introduire dans le calcul. Le masse de béton en construction (350 m³.) était suffisante, pour éliminer les pertes de chaleur par rayonnement.

Le sable d'essai était de grosseur normale; les recherches continuent.

CELL CONCRETE

by

MR. ERIK V. MEYER

Chief Engineer of the Research Dept. of the firm Christiani & Nielsen, Copenhagen

Cell Concrete is a light weight concrete product obtained by mixing a tenacious foam into a cement mortar. For insulating purposes, the mortar consists of cement and water while for building purposes up to four parts of sand can be added. The milliards of air bubbles of the foam remain separated and uniformly spread throughout the finished Cell Concrete. The mortar is prepared in a mixer and the foam is produced in a special whipper, whereafter the foam is added to the mortar while mixing continually. The Cell Concrete is then cast and it sets and hardens like ordinary concrete.

Cell Concrete was invented in 1921 by the Danish Engineer Erik Christian Bayer.

Due to the special structure of this material, it has many remarkable properties. By varying the amount of foam used, the weight may be varied from less than 300 up to 1200 kg. per m^3 as practical limit against 2200 kg. per m^3 for ordinary concrete.

As the cells with the entrapped air are very tiny, not even 1 mm^3 in size, and as they do not correspond, the Cell Concrete is an excellent heat insulating material. The Coefficient of Thermal Conductivity varies with the weight from 0.049 up to 0.30 against 1.2 for ordinary concrete.

Cell Concrete is practically not water-absorbent. A piece of light Cell Concrete put in water will remain floating.

Naturally, the strength of Cell Concrete is smaller than that of ordinary concrete, but it is always possible to obtain a suitable strength for all practical purposes.

Cell Concrete is frost-proof due to the fact that it only absorbs a very small

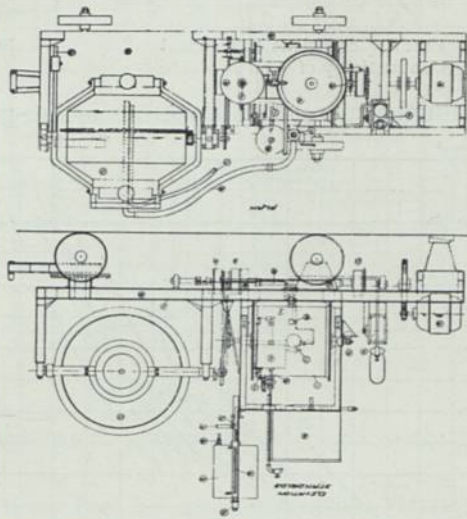


FIG. 1. Cell Concrete machine

quantity of water so that never more than from 10 to 20 % of the voids are filled. This will always allow room for the ice particles formed, and complete frost-proofness is insured.

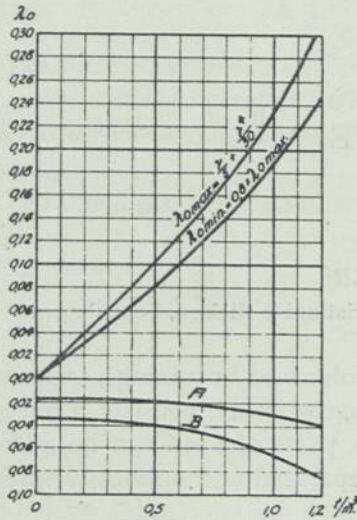


FIG. 2. Coefficient of Thermal Conductivity of Cell Concrete

Materials	Thickness of walls	
	ft	m
Cork of superior quality	1	1
Cell Concrete for Insulation against heat	1 1/8	1 1/8
Cell Concrete for Insulation against cold	1 1/4	1 1/4
High-porous Moler blocks	1 7/8	1 7/8
High-porous Moler blocks	2 1/16	2 1/16
Dry wood	4	4
Cell Concrete for roof-slabs	4 1/2	4 1/2
Cell Concrete for partition-tiles	5 1/4	5 1/4
Cell Concrete for building-blocks	7 1/8	7 1/8
Common brick walls	18	18
Cement mortar	28	28
Concrete	33	33

FIG. 3. Walls with the same insulating capacity

Furthermore, Cell Concrete is fire-proof. It withstands a temperature up to 500°C without being visibly changed and even by temperatures up to 800° C, only small deterioration takes place, while combustion starts at 1100°C.

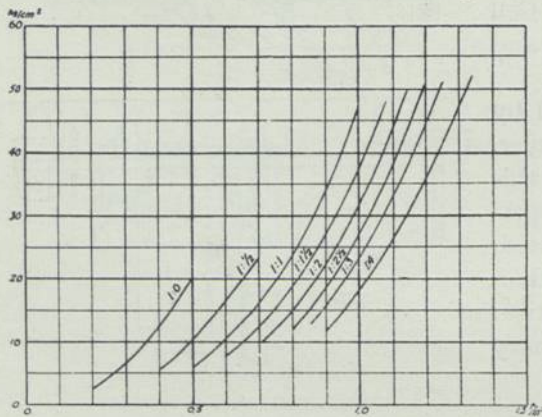


FIG. 4. Cube strength of Cell Concrete

Like ordinary concrete, Cell Concrete is rust-protecting and can be used for reinforced constructions.

It is also sound-protecting; this is probably due to the tiny closed cells and the special shape of the cell walls. Tests have been carried out at the Technical High School of Stockholm by Professor Kreüger.

The volumetric changes during the hardening and drying have been carefully investigated. On account of the fact that either pure cement or cement with a few parts of fine sand is used for the manufacture, the changes in length are considerably greater than for ordinary concrete in which also very coarse particles are used. For certain purposes, the material is therefore supplied in precast, dry units.

It may be mentioned that the majority of researches have been made at the

Laboratories of Messrs. Christiani & Nielsen, who have taken over the patent rights for all countries.

It can easily be understood that a great number of tests have been necessary to determine the composition of foam substance. Also, besides the proportion cement to sand, the ratio of water, like for ordinary concrete is most important.

Now, considering that Cell Concrete is manufactured with weights ranging from 300 to 1200 kg. per m^3 and with from no to four parts of sand, it will be understood that numerous kinds of Cell Concrete may be made. This gives an opportunity to find very interesting relations between sp. gr., water-(cement + sand) ratio, mixture and strength.

Each of the curves indicates the compression strength of Cell Concrete of different specific gravities, but with the same ratio of water to cement and sand.

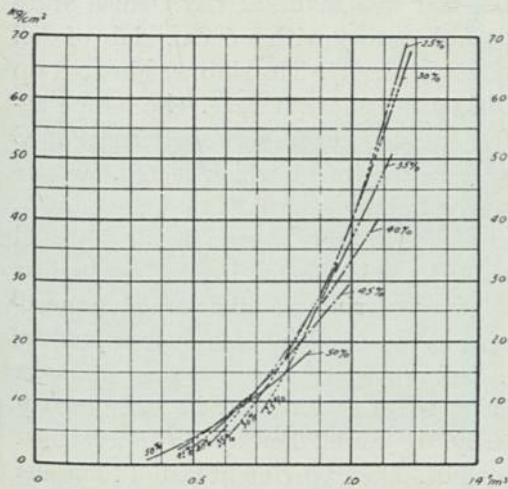


FIG. 5. Cube strength of Cell Concrete 1 : 1 mixture with different ratios water to cement + sand

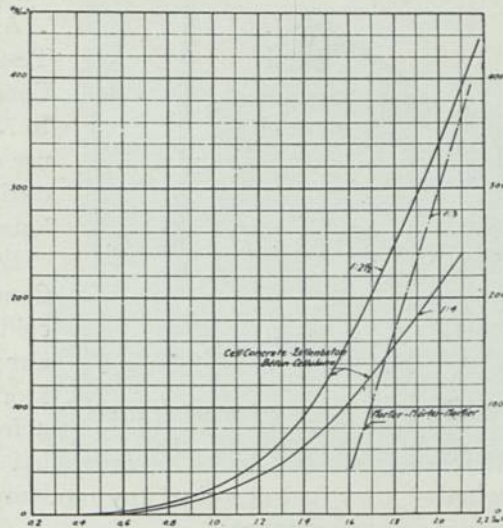


FIG. 6

All of these curves are envelopping the curve for the maximum strength with the cement and sand in question.

Another interesting comparison is shown on Fig. 6. The compression strength of Cell Concrete 1 : $2\frac{1}{2}$ and 1 : 4 from the very lightest material up to the practically solid mortar is indicated by the curves in full line, while the dotted line indicates the strength of ordinary mortar 1 : 3 for which the variation in weight is obtained by changing the composition of the aggregates. The curves prove that the way of reducing the weight by adding foam causes a comparatively small injury to the strength. The reason is that the solid material is collected in the thin strong walls of the foam and not spread throughout the whole volume as more or less loose connected particles.

A test wall was built at the Danish State Testing Laboratory. The cross section

of the wall was 50×15 cm. and the height ab. 2.5 m. The first wall tested gave a compression strength of 22 kg. per cm^2 while the second gave 24 kg. per cm^2 and the third being only 1.25 m. high 23 kg. per cm^2 . Blocks similar to those of which the walls were built up were also tested and an average compression strength of 26 kg. per cm^2 was obtained. This proves that almost the same strength is obtained in high thin walls as for the blocks themselves.

A small house was built at the Royal Technical High School at Trondhjem and tested by Professor Bugge.



FIG. 7. Cell Concrete experimental House

The walls were made of $20 \times 15 \times 40$ cm. bricks whereas $20 \times 25 \times 40$ cm. bricks are used now. λ was found to 0.379 against 0.80 for brick walls. Considering the joints, this gives a λ for the material itself of about 0.27.

A fire-test was made at the Danish State Testing Laboratory with a 6 cm. slab of Cell Concrete sp. gr. 0.7. The slab was heated up to 750°C on the under surface. The temperature of the upper surface did not exceed 55°C during the experiment which lasted for one hour and a half.

Even although there was no doubt that Cell Concrete was suitable for insulation against cold a thorough trial was made of this important point at the Danish State Testing Laboratory. Different slabs were used as ceiling in a freezing room and placed in such a way

that their weight could be controlled easily. It could thereby be ascertained whether they had absorbed any moisture or not. The experiment lasted 13 weeks and it was proved that:

1. Cell Concrete, as well as the best kind of impregnated cork for insulation against cold, will gain in weight when used without any exterior protection. Cork gained 40 % more in weight than Cell Concrete. When examining the curves of vapour-pressure, it can be seen that any kind of material used in this wrong way will gain in weight.

2. Cell Concrete protected on the exterior (warm) surface by asphalt will loose in weight and gain in insulating property whether it is plastered or not on the interior surface.

Here follow a few examples of the application of this material.

The heavier Cell Concrete is used for building bocks, roof slabs and the like.

Light Cell Concrete is also used for all kinds of heat insulation, for steam pipes, boilers, containers of all kinds as well as for insulation of buildings. The fact that it is not affected by water makes it specially suitable for insulation of long distance heating-systems in the ground, where it is essential to have a mineralic substance



FIG. 8. 3 storeys living house, Finland



FIG. 9. 3 storeys living house, Leipzig

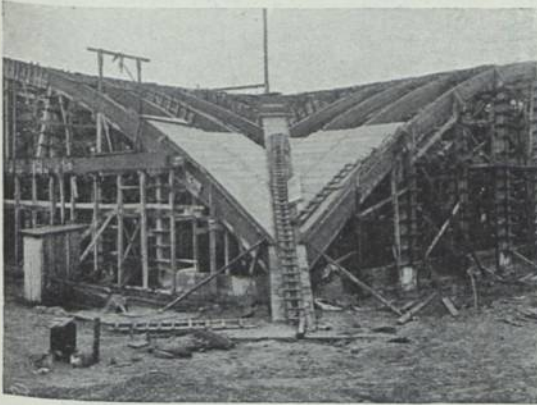


FIG. 10. Shed for airships; exterior walls and roof slabs with 2 m. span of reinforced Cell Concrete

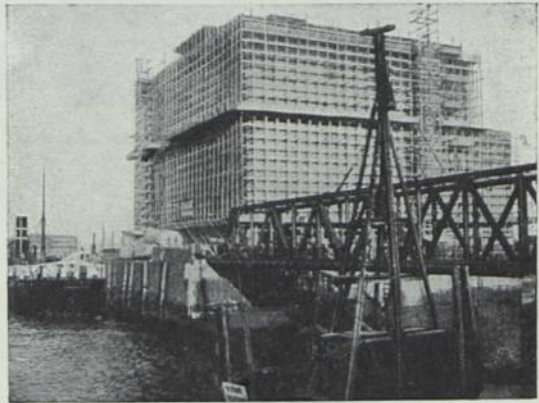


FIG. 11. Cold storage house, Roskai, Hamburg

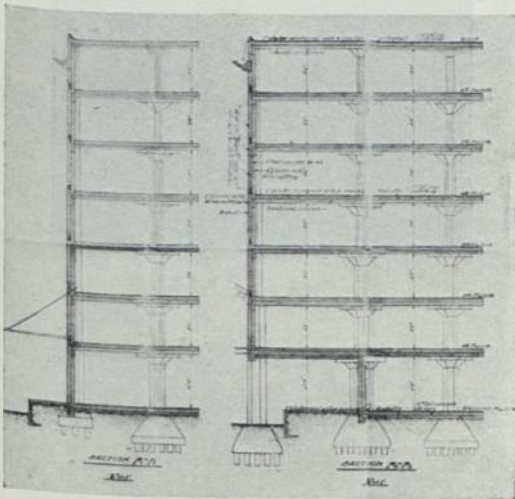


FIG. 12. Cold storage house to be built in Cell Concrete in Australia

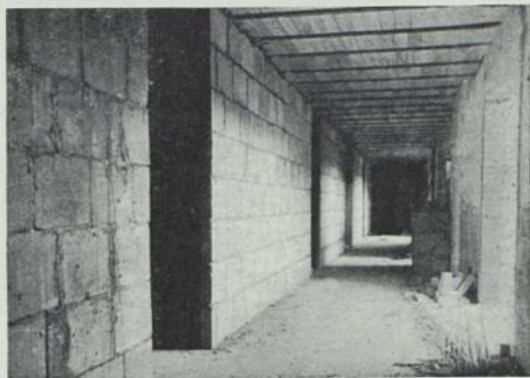


FIG. 13. Banana ripening house, Copenhagen. Cell concrete partitions and floor insulation

which will not sag in the course of time, but insure a permanent good insulation. Fig. 15 shows a map of a part of Copenhagen indicating the utilization of the heat

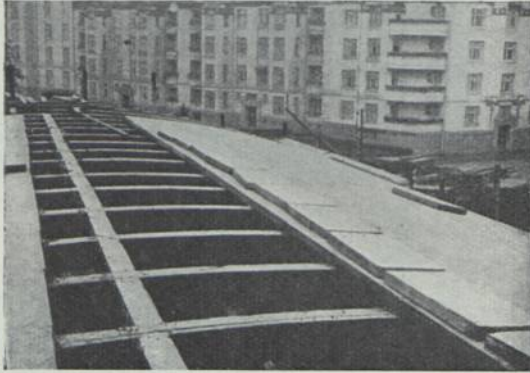


FIG. 14. Roof slabs, Cinema, Oslo

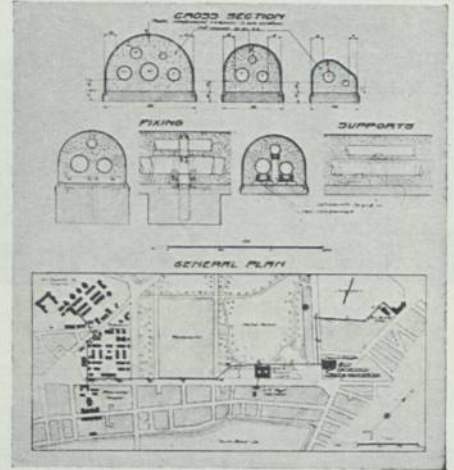


FIG. 15. Long distance heating system, Copenhagen

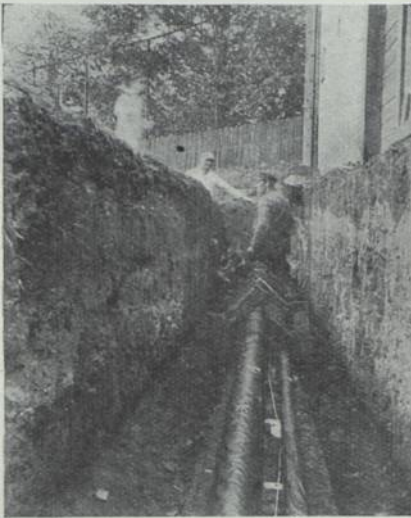


FIG. 16



FIG. 17

from one of the electric power plants. The system supplies mainly hospitals, factories and public buildings. On the same plan are shown sections through the pipe system with the insulation.

Fig. 16 to 18 show how the work was carried out by casting the Cell Concrete in situ. The Danish high-grade cement "Velo" was used for this job. The total pipe length is 10,000 m.

Other long distance heating systems are at present being insulated with Cell Concrete in Germany and in Switzerland.

The measurements from the Copenhagen system give a saving in heat much superior to what is usually obtained with similar systems with other insulation.

At last, it should be mentioned that Cell Gypsum is a similar product with Gypsum as binding material. It is sound-deadening like Cell Concrete and in strength it corresponds to Cell Concrete 1 : $\frac{1}{2}$ mix. It is mainly used for partition-slabs and manufactured in very exact shapes, so that a wall built with such slabs can be papered without being plastered previously.



FIG. 18

DISCUSSION

M. A. POULSEN, Copenhagen

Aux qualités excellentes du nouveau produit, dont nous a parlé M. Meyer, il y en a encore une à ajouter, que je me permets de mentionner.

Dans le ciment Portland il y a un excès de chaux, qui est très souvent nuisible, par exemple pour les travaux de mer. Mais quand on ajoute au ciment Portland du savon, on aura un savon calcaire, combinaison tout à fait insoluble. Puisque le savon fonctionne, pour ainsi dire, comme une pouzzolane, et parce que la quantité de chaux surpasse sans doute la quantité du savon, je pense, que dans le produit final tout le savon deviendra du savon calcaire.

On s'est servi dès longtemps de cette réaction chimique pour rendre imperméables des constructions souterraines etc, et dans le nouveau produit elle contribue sans doute à son imperméabilité de grande valeur.

Mr. MEYER

states, that Mr. Poulsen is quite right, that all the soap is changed into calcium-soap, but as the quantity of soap is very small — only about 100—200 gr. per cubic meter — it is very doubtful, whether the formation of calcium soap is the main cause, that cell concrete absorbs very little water, but this quality is probably more due to the special structure of the material.

DIE ERRUNGENSCHAFTEN DER U. S. S. R. AUF DEM GEBIETE DER ERFORSCHUNG UND DER HERSTEL- LUNG VON SILIKATHALTIGEN BAUMATERIALIEN IM LETZTEN JAHRZEHT

von

B. SCHWEZOW

Die verflossenen zehn Jahre sind in der U.S.S.R. durch einen lebhaften Aufschwung des Studiums von silikathaltigen Baumaterialien und der Reorganisation auf dem Gebiete ihrer Herstellung gekennzeichnet. Bis zum Jahre 1917 beschränkte sich die Forscherarbeit in dieser Richtung fast ausschliesslich auf die Laboratorien der Hochschulen; seit dieser Zeit sind daneben auch mehrere specielle Institute entstanden, wie: das Staatliche Versuchs-Institut für Silikatforschung in Moskau, die Keramische Forschungsanstalt in Leningrad (beide seit 1918), die Sibirische Keramische Station in Tomsk (1921 gegründet) und — im Stadium der Organisation begriffen — eine Versuchsanstalt für Bauten und Konstruktionen.

Im heutigen Vortrage gestatte ich mir ein gedrängtes Bild von dem Wirken der genannten Institute zu bieten. Leider habe ich nicht die Möglichkeit bei ihrer alltäglichen Arbeit zu verweilen, so interessant das vorliegende Material auch wäre: ist doch diese Arbeit dem planmässigen Studium der laufenden Produktion der verschiedenen Fabriken gewidmet und hat zum Zweck ihre Funktionen zu kontrollieren und zu organisieren. Mein Thema beschränkt sich notgedrungen auf nur wenige Fragen von grösserer Tragweite; blos gelegentlich werde ich die Normalisations- und Standartierungs-Frage berühren.

Im Hinblick auf die grosse Mannigfaltigkeit der Forschungsobjekte werde ich das Material meines Vortrags in folgende Gruppen sammeln:

I. Zement und Beton. II. Keramische Materialien. III. Sonstige Materialien.

I. ZEMENT UND BETON

Von den mannigfaltigen Arbeiten dieser Gruppe werde ich heute nur einige in Kürze kennzeichnen: über den Einfluss von puzzolanartigen Zusätzen und gewissen organischen Verbindungen auf die Eigenschaften des Portland-Zements, über Normsand und über einige neue Betonarten.

PUZZOLANARTIGE ZUSÄTZE ZU PORTLAND-ZEMENT

Die Verwendung von Portland-Zement entspricht der Forderung grösster Dauerhaftigkeit gewisser Bauten selbst unter besonders ungünstigen Bedingungen. Als Faktoren, die Beton zerstören, müssen vor allem gelten: andauerndes Auslaugen oder Einwirken von Kochsalz- oder sulfathaltigem Wasser. Das Problem der Herstellung von Mörtel, der selbst unter solch ungünstigen Bedingungen Stand hielte, beschäftigt die russischen Forscher ¹⁾ bereits seit vielen Jahren.

In erster Reihe sind Portland-Zemente untersucht worden, welche hydraulische Zusätze enthielten: Trass, gekörnte Schlacken und kieselsäurehaltige Sedimentations-Gesteine (Diatomite) von verschiedenem geologischem Alter und auf verschiedener Stufe der Metamorphositation.

Im Jahre 1919 teilte Dr. Goslich auf der Generalversammlung des Vereins Deutscher Portlandzementfabriken die Schlüsse mit, zu denen die dem Verein angegliederte „Meerwasser-Kommission“ gelangt war. Auf ihre Ergebnisse gestützt, ist in U.S.S.R. die fabrikmässige Herstellung von Portland-Zement mit dem ausserordentlich hohen Silikatmodul 4,63 in Betrieb gesetzt worden.

Das Problem der puzzolanartigen Zusätze ist von einer Reihe von Forschern behandelt worden. Die Ergebnisse sind von hohem praktischem Wert; u. a. sind Standarte und Normen für gemischte Zemente ausgearbeitet worden, die später in die russische Nomenklatur der Baumörtel-Materialien unter der Bezeichnung Schlacken-Portlandzement und Puzzolan-Portlandzement aufgenommen worden sind. Der Ausarbeitung der Normen sind die Anforderungen der Fabrikation zu Grunde gelegt worden: das Mischen von Schlacken und puzzolanartigen Zusätzen mit Portlandzement-Klinker zwecks Vermahlung des Gemenges. Zu den puzzolanartigen Portland-Zementen gehören auch die Fabrikate, welche Trasse und Diatomite von gewissen Fundorten enthalten.

Trasshaltige Ware stellt die Portlandzementfabrik zu Noworossijsk her; mit kieselsäurehaltigem Sedimentations-Gestein von gewissen Fundorten als Zusatz arbeitet das Maltzow'sche Kombinat. An letzterer Stelle brennen Drehöfen auch Portlandzement aus einem Gemenge von Kreide und Kieselgur, ohne Tonmasse; dieses Produkt ist als erstklassig zu bezeichnen und weist, wie vorhin erwähnt, das Silikatmodul 4,63 auf. In dem russischen Normen-Verzeichniss ist es als „kieselsäurereich“ bezeichnet.

¹⁾ Prof. N. A. Belejubski. Sstroitel'naja Promyslennostj, 1923 no. 2; 1924 no. 5; 1925 no. 1 (Bau-Industrie).

Prof. A. A. Baikoff. Sstroitel'naja Promyslennostj; 1926 no. 4.

Prof. S. I. Drushinin. Techno-Ekonomitscheski Westnik. 1921 no. 1. (Techno-Oekonom. Bote). Westnik Silikatnoi Promyslennostj, 1922 no. 3—4, 5—6 (Bote der Silikat-Industrie).

— Sstroitel'naja Promyslennostj. 1925 no. 8 (Bau-Industrie).

Prof. W. A. Kind. Sstroitel'naja Promyslennostj. 1925 no. 10; 1926 no. 1 und 4; 1926 no. 5 u. 11.

S. Komissarow. Westnik Ssilikatnoi Promyslennostj. 1923 no. 6—7. Sstroit. Promyslennostj. 1926 no. 9.

L. A. Mertz. Sstroit. Promyslennostj. 1925 no. 11.

W. N. Jung. Sstroit. Promyslennostj. 1925 no. 10; 1926 no. 8.

DER EINFLUSS VON ORGANISCHEN SUBSTANZEN AUF ZEMENT

In der deutschen Presse ¹⁾ wurden mehrere Fälle von Betonzerstörung beschrieben, wobei einmal als Ursache chemische Zersetzung des Zements angenommen, ein anderes Mal — auf eine geringe Beimengung von Zucker hingewiesen wurde. Der Vortragende nahm diese Mitteilung zum Anlass, in Gemeinschaft mit den In-

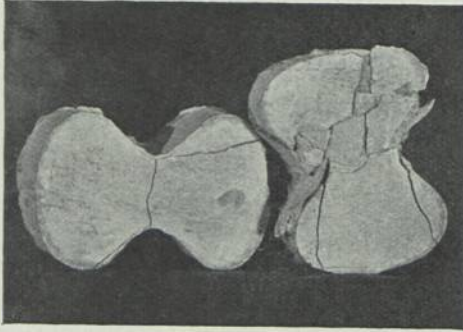


Abb. 1

genieuren E. S. Muroch und A. J. Levin im Institut für Silikatforschung zu Moskau das vorhin bezeichnete Thema zu bearbeiten ²⁾. Portland-Zement wurde der Einwirkung von etwa 20 organischen Substanzen unterworfen. Es erwies sich, dass Verbindungen von gemischtem Typus Zement zerstören: Glykose, Saccharose, Fruktose, Zitronensäure, Weinsäure, Milchsäure und Salizylsäure wirken bereits bei einem Gehalt von 0,1 % vom Gewichte des Zements ein, während monotypische Verbindungen, wie Glycerin und die chemisch

so stark wirkende Oxalsäure, sogar in Mengen von 0,4 % auf die mechanische Festigkeit des Zements fast gar keinen Einfluss ausüben. Die beigegefügte Abbildung 1 veranschaulicht den Charakter der Zerstörung eines Probekörpers unter dem Einflusse von 0,1 % Zitronensäure. Es wäre von Interesse, unsere Folgerungen an erweitertem Beobachtungsmaterial zu prüfen.

NORMAL-SAND

Die Sandnormalisierungs-Frage ist für die U.S.S.R. im Jahre 1925 auf dem III Kongress der Baumaterialien-Industrie entschieden worden. Bis dahin war eine unvollständige Vorschrift in Kraft, mit deren Ausarbeitung bereits i. J. 1881 begonnen worden war, — im Anschluss an die Einführung von Zementnormen. Natürlicher Sand (ohne Angabe der Herkunft) wurde gewaschen, getrocknet und durch Siebe mit 64, 144 und 225 Maschen gesiebt; was auf den letzteren beiden verblieb wurde zu gleichen Teilen gemengt.

Der vorhin erwähnte Kongress schrieb für alle Normalprüfungen von Portland-Zement Bergsand aus dem Fundort Wolsk vor. Der Normalsand darf neben Quarz höchstens 5 % anderer Mineralien enthalten.

Nach der Korngröße sind 2 Sorten Normalsand herzustellen (Abb. 2 u. 3.) Der gröbere darf nicht mehr als 10 % auf dem Sieb mit 64 Maschen hinterlassen und höchstens ebensoviel durch das 144-maschige abgeben. Der feinere ist an ähnliche

¹⁾ Technik u. Industrie. 1923. 82. Ztschr. f. angew. Ch. 1923.

²⁾ Prof. B. S. Schwesoff. Ueber die Einwirkung von organischen Substanzen auf Zement. Sstroitel'naja. Promyslennostj (Bau-Industrie). 1925.1.19. 1926.2.97.

Normen gebunden: höchstens je 10 % auf dem 144-er Sieb und durch ein Sieb mit 225 Maschen pro qcm. Die Siebe müssen aus Messingdrath gewebt sein und quadratische Maschen haben; die Seitenlänge der Quadrate darf nur um $\pm 10\%$ vom norm-

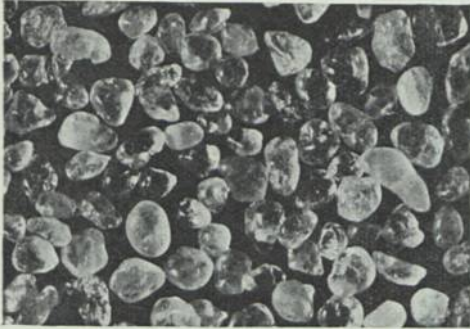


ABB. 2



ABB. 3

ierten Mittelwert abweichen. Zur Prüfung von Portlandzement werden beide Sorten Normalsand zu gleichen Teilen gemengt.

BETON

Auf diesem Gebiet erwähne ich nur die Untersuchung von Ingenieur W. P. Nekrassoff¹⁾ über die Methoden der indirekten Armierung von Beton, welche auf der Anwendung eines Systems von „freien Bindungen“ beruht. Diese Arbeit gab den Anstoß zur Herstellung einer Reihe von Fibrit-Materialien, von denen ein Teil bereits praktische Anwendung gefunden hat.

Auf dem Gebiete der *Normalisierung* ist Folgendes zu verzeichnen: es sind neue Standarte für Portland-, Roman-, Schlacken- und Puzzolan-Zemente, für Luftkalk und hydraulischen Kalk ausgearbeitet und eine neue Klassifikation der Mörtel angenommen worden.

II. KERAMISCHE MATERIALIEN

Aus der langen Reihe von Untersuchungen (Prof. B. S. Schwezon u. Ing. A. A. Kortschagin) auf diesem Gebiete werde ich an dieser Stelle bloß über diejenigen berichten, welche die Mikrostruktur der Ziegel zum Gegenstande haben. Sie sind von Prof. N. N. Smirnoff sowie von S. D. Tschetwerikoff (letztere noch nicht veröffentlicht) ausgeführt.

¹⁾ W. P. Nekrassoff. Eine Methode zur direkten Armierung von Beton. Moskau. 1925. Verlag „Transpetchatj“.

²⁾ Prof. N. N. Smirnoff, I. The Microstructure of Dinas, II. The Microstructure of Refractory Bricks, Trans. of the Exper. Inst. of Silicates, 18.

Prof. N. N. Smirnoff, The Microstructure of Silicate Bricks, Ib. 20.

ROTER BAUZIEGEL

Das mikroskopische Bild zeigt eine rotbraune amorphe Grundmasse mit reichlichen Einschlüssen von Sandkörnern, die hauptsächlich aus Quarztrümmern bestehen. Stellenweise sind Körner von Feldspat und Glimmer zu sehen. Die Grösse der Körner schwankt in weiten Grenzen.

In der rotbraunen Grundmasse sind häufig grosse undurchsichtige Körner von schwarzen, weit seltener von rotbrauner Farbe verstreut, — dem Anscheine nach Manganverbindungen.

Die Grundmasse, sowie auch die Lagerung der feinen Sandkörner, trägt häufig Anzeichen einer „Fließ“-Struktur.

In vielen Proben sind — nicht selten in recht bedeutenden Mengen — pleochroische Kristalle anzutreffen; sie treten bald als gut bezeichnete Individuen auf, bald in Gestalt von Stäbchen und undeutlich geformten Fasern in der Grundmasse. Diese Kristallgebilde sind negativ, zweiachsig, doppelbrechend bis 0,025 und $n_g - n_m = 0,07$; die Verfinsterung ist bald gerade, bald schief, — bis zu 21° gegen die Richtung der deutlichen Spaltung. Ihr Brechungs-Exponent ist grösser als der des Quarzes; die Verlängerung ist positiv; die Spaltbarkeit ist gut-parallel zu n_g und sichtbar senkrecht zu n_g ; der Pleochroismus ist stark $n_g > n_m > n_n$ und zwar längs n_g -rotbraun, längs n_p -schwach gelblichgrün, die Dispersion ist sehr stark $> \rho$.

Diese Eigenschaften kommen keinem der bekannten gesteinsbildenden Mineralien zu; es ist daher anzunehmen, dass das Brennen eine Neubildung veranlasst hat.

Besonderes Interesse bietet das Studium von Ziegeln, die bei defektivem Brennen erhalten worden sind. Sie weisen im Bruche eine dunkle innere Zone auf (Abb. 4), häufig auch Ausbauchungen, die in manchen Fällen solche Dimensionen erreichen, dass der Ziegel fast Tonnenform annimmt. Diese Erscheinung ist auch bei Schamotteziegeln und andern keramischen Produkten nicht selten. In solchen Fällen zeigt der Mikroschliff stets bedeutenden Gehalt an gut ausgebildeten Kristallen von Magneteisenstein (Z.B. beim Quarztonstein, Abb. 5 u. 6).

Eingehende Untersuchung der Bedingungen, unter denen in keramischen Produkten eine dunkle innere Zone entsteht, haben zu folgender Deutung der Ursachen



ABB. 4

geführt. Im Laufe der Reduktionsphase des Brennprozesses kann sich im Inneren des Brennobjekts Kohlenstoff ausscheiden; er wirkt sowohl durch seine Eigenfarbe als auch durch Reduktion des Eisenoxyds zu Magneteisenstein. Bei weiterem, oxydierendem Brennen verbrennt unter normalen Bedingungen der Kohlenstoff rest-

los, der Magneteisenstein oxydiert sich und der gar gebrannte Scherben nimmt normales Aussehen an. Dringt Sauerstoff in unzulänglicher Menge ins Innere des Objekts, — sei es weil der Oxydationsprozess ungenügend lange dauert oder die Oberfläche sich mit einer Glasurschicht bedeckt hat, so bleibt im Innern eine



ABB. 5



ABB. 6

dunkle Zone erhalten. Im Falle einer Glasurbildung kommt noch hinzu, dass den Verbrennungsprodukten des Kohlenstoffs der Austritt erschwert ist; der innere Ueberdruck veranlasst die erwähnte Ausbauchung.

SCHAMOTTEZIEGEL

Das Studium ihrer Mikrostruktur hat gezeigt, dass sie vorwiegend aus braunen undurchsichtigen Anhäufungen von Tonsubstanz und Erz bestehen, in welchen Quarzkörner eingeschlossen sind.

In dem meisten Ziegelsteinen geht anscheinend eine Umkristallisation vor sich, die zur Bildung von gestreckten, langprismatischen (faserigen) Kristallen führt, fast stets schwach differenziert, direkt verlöschend, mit positiver Verlängerung, mit Polarisationsfärbung bis zum Gelb I Ordnung und mit Doppelbrechung von etwa 0,010-0,015. Leider ist es nicht möglich, ihr Vorzeichen und ihre Achsenzahl zu bestimmen, da sie für ein konvergierendes Lichtbündel unzugänglich sind. Diese neugebildeten Kristalle sind dem Sillimanit am meisten ähnlich.

Die übrigen, im Schamotteziegel vorhandenen Mineralien weisen keine Anzeichen von Umkristallisation auf. Tonsubstanz ist in fast allen Probeziegeln anwesend. Quarz ist nur selten der Tridymitisation unterworfen und stets in geringem Grade. Die Erzsubstanz verwandelt sich zuweilen in eine krystallinische Abart des Eisenkieses oder Magneteisensteins.

In einigen Proben erwiesen sich mikroskopische Einschlüsse von Mikroklin, Plagioklas und Glimmer (Biotit).

SILIKAZIEGEL

In Ergänzung der allbekannten Angaben über ihre Mikrostruktur, haben unsere Studien den Zusammenhang zwischen dem sp. G. der Masse und dem Grad ihrer Tridymitisation festgestellt. Es hat sich herausgestellt, dass fast stets mit fortschreitender Tridymitbildung das sp. G. sinkt; in einigen Fällen aber stiessen wir auf Abweichungen von dieser Regelmässigkeit.

Kalksandsteinziegel weisen im Mikroschliffe Kristalle von Calcium-Hydrosilikat auf.

Auf dem Gebiete der *Normalisierung* von keramischen Baumaterialien sind Standarte für einfachen Bau-, Schamotte- und Silika-Ziegel ausgearbeitet worden, sowie auch für keramische Röhren.

III. SONSTIGE MATERIALIEN

Zum Schluss möchte ich Ihr Augenmerk noch auf einige Untersuchungen richten, welche Gips und Lehm als Material für Rohbauten zum Gegenstande haben.

Gips ist von Prof. P. Budnikoff, gemeinsam mit den Dipl.-Ing. J. Ssyркиn, M. Levin u. a. untersucht worden ¹⁾.

Wie allgemein bekant ist der Stuckgips — das Halbhydrat $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ — befähigt zu binden, d.h. unter Aufnahme von Wasser zu erhärten; diese Erscheinung wird auf eine Kristallisation des Dihydrats aus der übersättigten Lösung zurückgeführt. Die Binfefähigkeit fehlt sowol dem natürlichen Anhydrit, als auch dem sogen. totgebrannten Gips, der aus dem natürlichen Dihydrat durch Brennen bei Temperaturen bis zu 900° — 1100° C. entsteht. Bei weiterem Anstieg der Temperatur entsteht sogen. hydraulischer Gips, der wiederum fähig ist zu binden, aber bei gänzlich anderen Bedingungen, als Stuckgips. Hier kommt die Hauptrolle dem geringen Gehalt an CaO zu, das infolge der Dissoziation des Gipses bei hoher Temperatur entsteht und im angegebenen Prozess als Katalysator dient.

Die oben erwähnten Untersuchungen sind zum Teil im Laboratorium des Polytechnischen Instituts zu Iwanowo-Wosnessensk, zum anderen Teil im Staatlichen Institut für Silikatforschung ausgeführt worden. Sie haben ergeben, dass die Wiederbelegung des totgebrannten Gipses, das heisst das erneute Auftreten der Binfefähigkeit nicht ausschliesslich durch CaO bedingt ist, sondern auch durch mannigfaltige andere Substanzen hervorgerufen werden kann, wie Alkalien, Säuren, neutrale und saure Salze. Es ergaben sich positive Resultate bei Anwendung von Aetznatron, Aetzkalk, Salzsäure, Schwefelsäure, Weinsäure, Natrium- oder Ammoniumsulfat, Chromalaun und besonders — Bisulfat von Natrium oder Kalium. Die optimalen Mengen übersteigen in keinem Falle 3 % vom Gewicht des Anhy-

¹⁾ P. P. Budnikoff und J. K. Ssyркиn. Ueber die Dissoziation des Calciumsulfats bei höheren Temperaturen. Chem. Ztg. 47 S. 22 (1923).

Prof. P. P. Budnikoff and M. E. Lewin, engineer. Anhydrite and Gypsum Zements. Trans. of the Experimental Institute of Silicates, 14.

drits. Die Zugfestigkeit betrug nach 28-tägiger Frist, bei optimalen Mengen der Zusätze, 35—40 kg/cm², ja sogar 50—60 kg/cm² bei Anwendung von Bisulfaten. Unbedingt erforderlich ist dabei ein äusserst feines Mahlen des Materials (es muss restlos ein Sieb mit 4900 Maschen pro cm² passieren) und vollkommene Mischung mit den Zusätzen; werden diese Bedingungen nicht streng eingehalten, so wird die mechanische Festigkeit stark beeinflusst.

Das Binden von natürlichem Anhydrit und totgebrantem Gips beruht darauf, dass das wasserfreie CaSO₄ unter dem Einfluss von Katalysatoren zunächst Hydratwasser aufnimmt und weiter das so entstandene Dihydrat umkrystallisiert. Das Mikroskop zeigt bei allen diesen Probekörpern einheitliche feinkörnige Struktur, stellenweise durch recht grobe Einschlüsse unterbrochen, welche durch Ausscheidung des Zusatzes entstanden sind.

Das aus dieser Untersuchung resultierende Material ist unter der Bezeichnung „Anhydrit-Zement“ durch Patent geschützt (Schutzzeugniss für U.S.S.R. No. 77864).

Im Verlaufe der Untersuchung tauchte die Frage auf, ob nicht etwa geeignete Zusätze auch das natürliche Dihydrat des Calciumsulfats zum Umkrystallisieren veranlassen und somit ihm die fehlende Bindefähigkeit verleihen können. Diese Voraussetzung erwies sich als durchaus zutreffend: 28-tägige Probekörper aus feingemahlenem Gips mit Zusatz von 0,3 % Natriumbisulfat wiesen eine Zugfestigkeit von 70 kg/cm² auf.

Dieses Produkt ist als „Gips-Zement“ bezeichnet worden.

LEHM ALS MATERIAL FÜR ROHBAUTEN

Rohbauten aus Lehm haben für die U.S.S.R. enorme Bedeutung und sind im Süden des Europäischen Russland und besonders in Turkestan weit verbreitet, da sie sich bei trockenem Klima lange erhalten. Aber auch weiter nach Norden hin liegen Versuche vor solche Rohbauten aufzuführen. So finden wir z.B. in Moskau 3 Wohnhäuser in Lehm-Rohbau, die — zu Anfang des XIX Jahrhunderts vom Architekten Strachoff errichtet — noch heute in gutem Zustande sind. Aehnliche Bauten sind in Littauen, Esthland, Lettland, Nord-Deutschland und Nord-Amerika ¹⁾ anzutreffen; im letzteren Lande stossen wir auf Bauten, die mehr als 150 Jahre zählen und trotzdem sehr gut erhalten sind.

In jüngster Zeit ist in vielen Ländern das Interesse für Lehmbauten erwacht; einer Verwirklichung in irgend bedeutendem Massstab steht aber in unseren Breiten die Eigenschaft aller Rohtone im Wege, durch Wasser zu erweichen. Im Hinblick auf das oben Gesagte gewinnt die Aufgabe, dem Lehm Wasserbeständigkeit zu verleihen, äusserst aktuelle Bedeutung. In dieser Richtung sind vom Vortragenden im moskauer Institut für Silikatforschung, im Verein mit dem Ingenieur K. G. Jel-

¹⁾ Charles J. Ellington. More Mud Houses. Scientific American. March. 1926. 174. Beigefügt sind Photographische Aufnahmen von Lehmbauten.

schankin ¹⁾ und den Mitarbeitern des Instituts P. N. Grigorjeff ²⁾; P. I. Galkin, sowie von Prof. P. P. Budnikoff ³⁾ ausgiebige Versuche angestellt worden, die positive Resultate ergaben.

Als Versuchsobjekt diente gewöhnlicher Ziegelton aus der Umgegend von Moskau; als Reagentien — Glaubersalz, Kupfervitriol, Chlorcalcium, Natriumsilikat, Aetznatron, Soda, Salzsäure, Salpetersäure, Schwefelsäure und Phosphorsäure. Als aktiv erwiesen sich nur Schwefelsäure und in geringerer Masse Phosphorsäure. Die optimale Menge Schwefelsäure hängt von dem Rohmaterial ab; für den moskauer Lehm betrug sie 2,5—1,5 % vom Lehmgewicht, aber bereits ein Zusatz von 1—2 % ergab eine sehr starke Einwirkung. Die Wasserbeständigkeit des Materials stieg in ganz erstaunlichem Masse an: während eine Pyramide aus unbearbeitetem Rohmaterial (von der Grösse eines Segerkegels) in ruhendem Wasser bereits nach 7—8 Minuten zerfällt, bleibt ein gleicher Körper aus der mit Schwefelsäure bear-

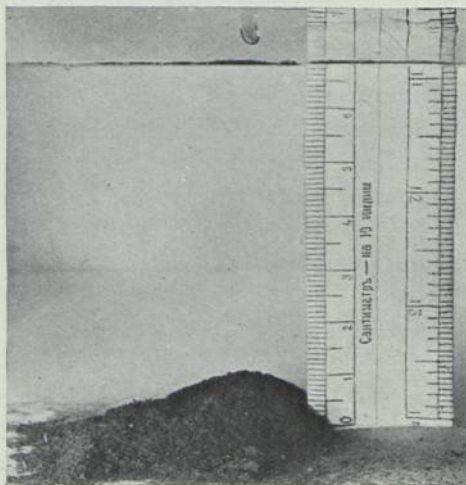


ABB. 7

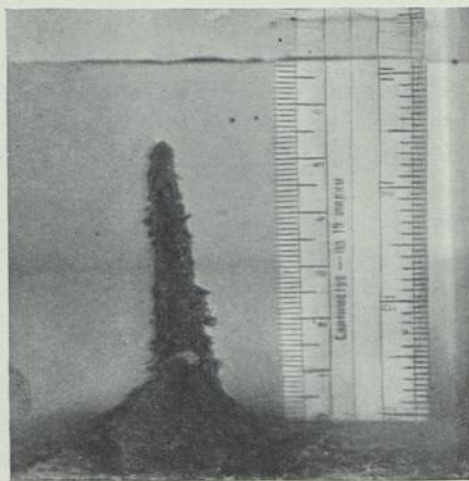


ABB. 8

beiteten Masse im Laufe von vielen Stunden, ja sogar von einigen Tagen fast unzerstört. Diese Masse ist unter der Bezeichnung „Keramolith“ gesetzlich geschützt (Patent für U.S.S.R. No. 78860). Sie enthält keine freie Schwefelsäure und wirkt daher weder auf eingelassene Holzteile ein, noch auch auf eiserne Nägel; gegen starke Temperaturschwankungen ist sie sehr beständig; wird ein Keramolitzylinder erst bis zur Dunkelrotglut erhitzt und dann mit kaltem Wasser übergossen, so weist er

¹⁾ Prof. B. S. Schwezoff. Neue feuersichere Baumaterialien. „Stroitel'naja Promyslennostj". 1924. no. 9. 578.

B. S. Schwezoff u. K. G. Jelschankin. Ueber die Wasserbeständigkeit von Lehm. (Sammlung von Lehm- und Tonstudien des Instituts f. Silikatforschung. Heft. 21. S. 73).

²⁾ P. N. Grigorjeff und P. I. Galkin. Ueber die Einwirkung von Schwefelsäure auf Lehm bei gewöhnlicher Temperatur. Ibid. S. 91.

³⁾ P. P. Budnikoff. Zur Frage der Herstellung von wasserbeständigem Lehm für Rohbau. Ibid. S. 97.

keinerlei sichtbare Risse auf. Seine Zugfestigkeit beträgt in der Mitte 26 kg/cm^2 , seine Druckfestigkeit gegen 44 kg/cm^2 .

Noch besser sind die Resultate in dem Falle, wenn der Lehm vor der Einwirkung von Säure innig mit irgend einem feinfaserigen Material, z.B. mit Asbeststaub, gemengt wird. Daraus ergibt sich eine praktisch wertvolle Masse, die als „*Keramofaserit*“ bezeichnet wird. Daraus hergestellte Pyramiden stehen bereits mehr als 2 Jahre unter Wasser und weisen keinerlei Spuren einer Zerstörung auf; sie haben sogar ihre scharfen Kanten beibehalten.

Die zum Vergleich beigefügten photographischen Aufnahmen (Abb. 7—9) zeigen deutlich die Einwirkung von Wasser auf rohen Lehm. *Keramofaserit* mit einem Gehalt von 5 % Asbest besitzt einen Zugwiderstand von etwa 33 kg/cm^2 und einen Druckwiderstand von etwa 58 kg/cm^2 .

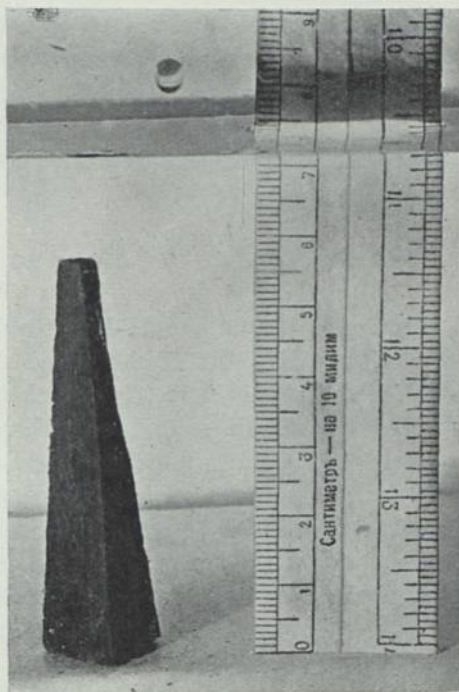
Leider bereiten sowohl *Keramolith* als auch *Keramofaserit* gewisse Schwierigkeiten, indem sie fähig sind nach einiger Zeit zu „binden“, wonach die daraus geformten Probekörper an Wasserbeständigkeit sowie an mechanischer Festigkeit einbüßen. Ausserdem ergeben manche Lehmarten nicht ganz befriedigende Resultate.

Die Theorie dieses Vorgangs kann noch nicht als restlos klar gelten. Anfänglich wurde angenommen, dass an der *Keramolith*-bildung der vorhandene kohlensaure Kalk Anteil nimmt, indem er sich in Gips verwandelt, welcher dann die Teilchen der Tonsubstanz mit einander zementiert; diese Deutung erwies sich aber als un-

haltbar. Von allen zur Erklärung aufgestellten Hypothesen ist folgende am wahrscheinlichsten.

In ihrer Einwirkung auf die Tonteilchen spaltet die Schwefelsäure von den Seitenketten des Kaolinkerns Al und Fe ab, indem es die entsprechenden Sulfate bildet. Letztere werden durch Wasser hydrolytisch gespalten, wobei die entsprechenden Hydroxyde in kolloidaler Form ausgeschieden werden. Diese Kolloide verkleben dann die Teilchen der Tonsubstanz. Aber auch diese Erklärung wird nicht allseitig anerkannt, so dass die Frage zurzeit noch offen steht.

Ich schliesse, indem ich noch kurz eine Reihe von Untersuchungen erwähne, welche die Herstellung von wärmeisolierenden Materialien unter Anwendung von Infusorienerde und anderen Diatomieten zum Gegenstande haben. Eine ausführliche Besprechung fällt aus dem Rahmen meines Vortrags.



АВВ. 9

DISKUSSION

Herr. Dr. GRÜN, Düsseldorf

Im Zusammenhang mit den Ausführungen des Vorredners über die Verwendbarkeit des Anhydrits als Mörtelbildner, will ich nicht verfehlen darauf hinzuweisen, dass in Deutschland bereits seit einer Reihe von Jahren gleichfalls Anhydrit, der ja sonst unbrauchbar ist, zu Zement verarbeitet wird, und zwar gewinnt man in Hochöfen die Schwefelsäure des Anhydrits und gleichfalls als Nebenprodukt normalen Portland-Zementklinker. Dieser Portland-Zement wird mit Hochofenschlacke zusammengemahlen und so auf Hochofenzement verarbeitet. Ich wollte die Diskussion über den Vortrag nicht vorübergehen lassen, ohne auch auf diesen Fortschritt und die Möglichkeit, ausgezeichneten Portland-Zement als Neben- oder Abfallprodukt zu erhalten, hinzuweisen.

Herr POULSEN, Kopenhagen

Pour moi il n'y a pas de doute, qu'il faut des pouzzolanes pour les travaux à la mer. Et comment les appliquer on s'est accordé dans la dernière vingtaine d'années. Il s'agit de faire *moudre ensemble* la pouzzolane et le ciment — ou de la chaux — à l'état d'une finesse très considérable. Depuis quelques années on a augmenté la mouture des clinckers, ce qui accélère les procès chimiques et mécaniques du mortier. C'est que la mouture agrandit la surface, en même temps qu'elle facilite l'accès de l'eau pour le milieu des grains amoindris.

Pour les pouzzolanes la mouture est d'une importance double, parce qu'elles ne sont pas influencées par l'eau seule. Il faut d'abord, que *la chaux* superflue du ciment Portland soit extraite par l'eau, et puis qu'elle s'avance jusqu'au centre des grains pouzzoloniques.

Voici pourquoi on a commencé de fabriquer des „ciments à Pouzzolane” en moulant ensemble ces deux composants.

En Italie depuis 5 ans on applique 2 parts (par poids) de PC avec 1 part de pouzzolane de Segni, d'une carrière située environ 50 K.M., au S.E. de Rome.

En Hollande depuis 10 ans à Brielle l'on fait une mouture semblable avec de la chaux et le Trass rhénan. En Allemagne, au contraire, il semble qu'on applique toujours son Trass moulu seul, et d'une mouture relativement grosse.

En France depuis 15 ans on fabrique le „ciment à la Grise”, 2 PC + 1 G, moulus jusqu'à ce qu'il reste environ 14 % sur le tamis de 5000 mailles par cm². La grize provient des carrières de Savigny sur Aisne dans les Ardennes.

En Norvège on a commencé cette année une fabrication, parfaitement comme la danoise.

En Danemark depuis 17 ans en fabrique le „ciment Mo-Lez”, 3 P.C. + 1 M.L., moulus jusqu'à ce qu'il reste environ 4 % sur le tamis 5000.

Le Mo-Lez, qui est une terre de diatomées tertiaire, sans doute est la pouzzolane

la plus riche des facteurs hydrauliques, utilisés jusqu'ici. Je renvoie à mes communications à notre Congrès de New-York (1912), ainsi qu'aux Congrès de Navigation de Londres (1923) et du Caire (1926). Quant à la fabrication rationnelle du „ciment à Pouzzolane“, il semble par conséquent, que *le droit d'aînesse appartient au Danemark*.

Oberbaurat Ing. SPINDEL, Innsbruck

Im Mater. — Prüf. Labor. der Bundesbahn, Direktion Innsbruck, wurden ebenfalls Versuche durchgeführt, Lehm und Tonwasser beständig zu machen. Ein Zusatz von Portland-Zement als Pulver oder Zementmilch mit etwa 5 % macht den Lehm wasserbeständig. Dieses Gemisch ist aber nicht wetterbeständig und daher nur unter Wasser oder frostgeschützt zu verwenden. Es kommt für Abdichtungszwecke in Frage.

RECHERCHES SUR LE DOSAGE RATIONNEL DES MORTIERS ET DES BÉTONS

par

R. DUTRON

Directeur technique du Groupement Professionnel des Fabricants de ciment Portland artificiel de Belgique

RÉSUMÉ

Ces recherches ont pour objet de déterminer les conditions de dosage que doivent remplir les mortiers et les bétons pour satisfaire aux exigences qui sont requises pour leur compacité, leur résistance et leur facilité de mise en place.

Ces trois caractéristiques principales peuvent être réalisées par le choix raisonné des trois éléments de base du dosage :

la richesse en ciment ou proportion de ciment par rapport au squelette.

la composition granulométrique (squelette et ciment).

la quantité d'eau de gâchage.

C'est l'étude de la composition granulométrique qui constitue l'objet principal de ce travail.

On recherche, en premier lieu, quelles sont les meilleures granulométries à réaliser pour obtenir des mortiers et des bétons à compacité et à résistance maxima.

On montre ensuite, que pour satisfaire à des conditions de facilité de mise en place, ces compositions granulométriques peuvent devoir subir des modifications et que celles-ci doivent être judicieusement déterminées de manière à n'entraîner qu'une diminution aussi réduite que possible de la résistance et de la compacité.

Enfin, les résistances probables à prévoir pour les mortiers et les bétons, en liaison avec leur granulométrie, leur aptitude à la mise en oeuvre et leur richesse en ciment, sont envisagées, avec le secours d'un facteur, qui condense l'influence de ces trois variables d'une façon reconnue suffisamment exacte pour la pratique, *le rapport eau-ciment.*

I. *Composition granulométrique à compacités et à résistances maxima*

Conditions d'exécution des essais. Pour faire apparaître l'influence de la compo-

sition granulométrique du squelette ainsi que de la forme de ses particules, une première série d'essais a été effectuée dans les conditions suivantes:

a. *qualité et quantité de ciment constantes*: 12,7 % de ciment du volume absolu total du squelette et du ciment.

b. *quantité d'eau de gâchage* strictement nécessaire pour que les bétons prennent l'aspect de la terre humide et se recouvrent d'une pellicule d'eau sous l'action du damage.

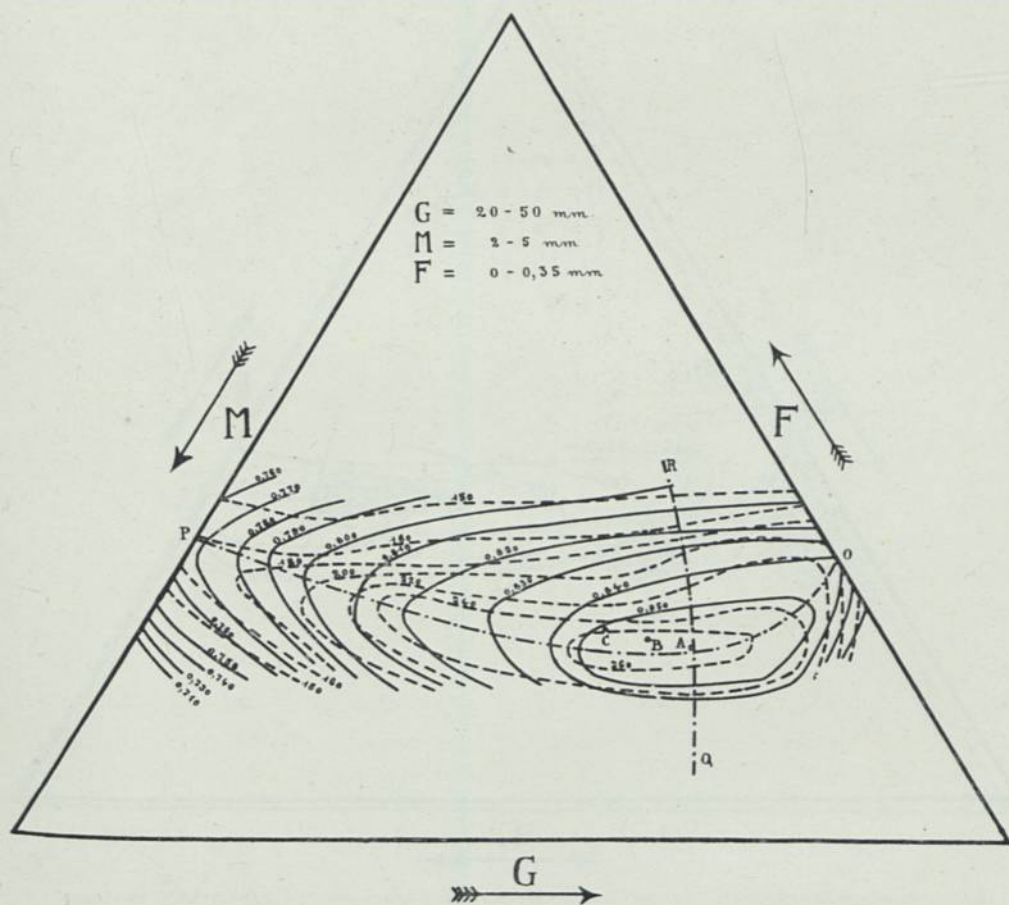


FIG. no. 1. Bétons de pierraille concassée. Get M: porphyre. F = sable très fin et ciment

c. *conditions de fabrication et de conservation* identiques.

d. *squelette* Seul, le squelette varie:

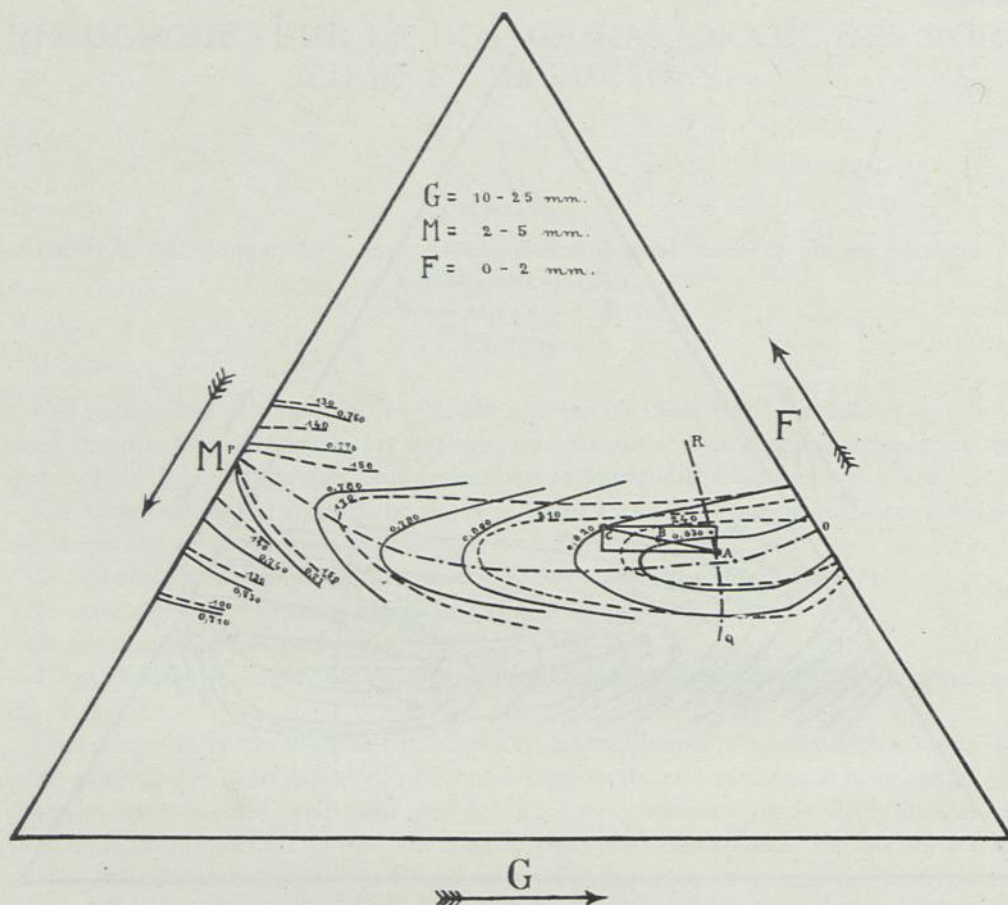
1. par sa granulométrie.

pierrailles de dimension maximum D variable.

proportions variables des éléments du squelette, conventionnellement rangés en gros, moyens et fins.

2. par la nature ou la forme des matériaux employés:
pierrailles concassées (porphyre) ou galets du Rhin associés, soit à du poussier de porphyre, soit à du sable de rivière soit à du sable très fin.

Cette première partie des recherches a conduit à l'exécution d'environ 700 dosages ne différant entre eux que par la composition granulométrique ou la nature ou la forme du squelette.



Bétons de pierreaille concassée FIG. no. 2. G et M: porphyre concassé. F: sable du Rhin et ciment

Compositions à compacités et à résistances maxima. — A titre d'exemple, les figures no. 1, 2 et 3 montrent l'influence des diverses compositions du squelette sur la compacité et la résistance des bétons.

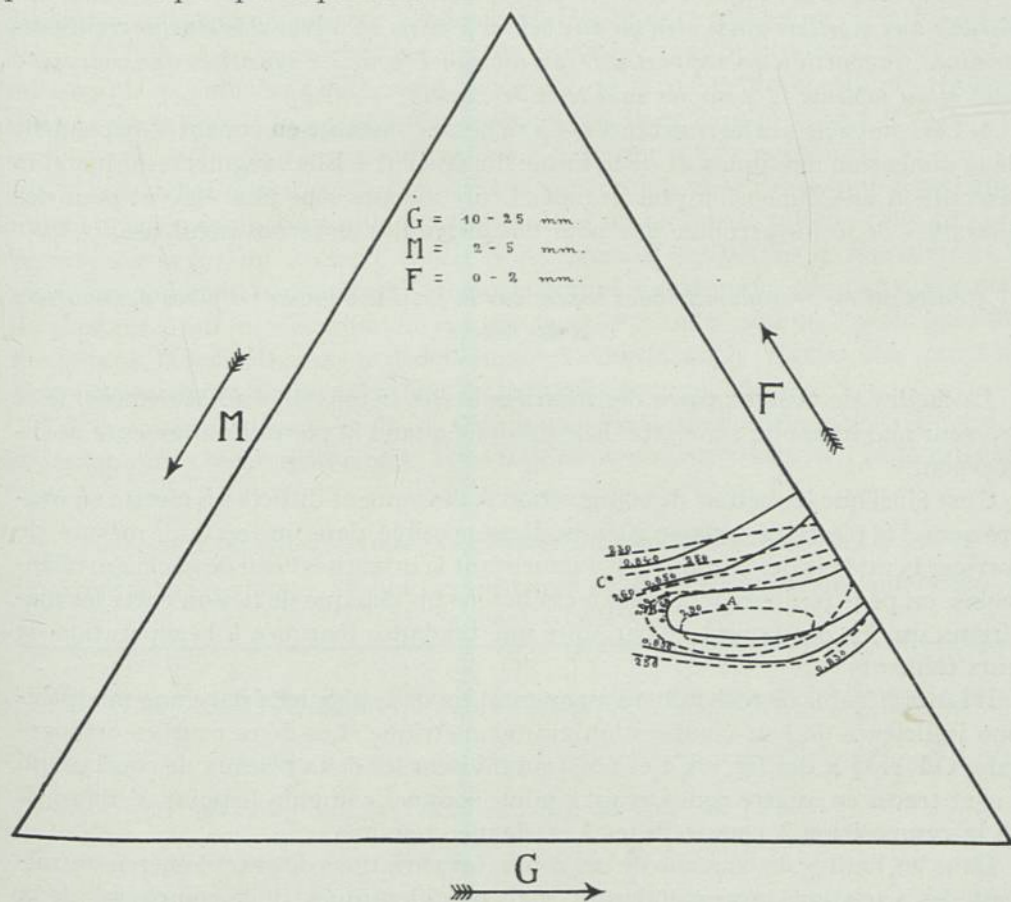
Ces compositions sont définies par leurs proportions en volume absolu des éléments gros, moyens et fins (le ciment se trouvant compris dans ces derniers).

Chaque diagramme comporte deux réseaux de courbes traduisant l'allure de la variation des résistances (traits interrompus) et des compacités (traits pleins).

L'une et l'autre de ces deux caractéristiques varient dans le même sens mais non d'une façon identique.

La concordance des courbes est presque parfaite dans la région des compositions granulométriques amenant les compacités et les résistances les plus élevées.

Les compositions qui paraissent le mieux répondre aux maxima de ces valeurs sont définies par le point de rencontre des courbes Orthogonales O P et Q R, soit à peu de chose près par le point A.



Bétons de galets. FIG. no. 3. G et M: Galets du Rhin. F: sable du Rhin et ciment

Si l'on compare entre elles toutes les compositions A qui répondent aux divers squelettes étudiés et qui sont déduites des résultats des essais en procédant comme il a été fait par les figures 1 à 3., on est amené à faire les constatations suivantes :

1. les proportions d'éléments moyens et fins dépendent de la forme et de la dimension maximum D de la pierraille.
2. des squelettes de même forme et de même grosseur maximum peuvent être de granulométries très différentes tout en réalisant des bétons de compacité et de

résistance équivalentes. Toutefois, on remarque que de tels bétons présentent des granulométries qui chevauchent sur une composition moyenne type, A.

3. Toutes ces compositions granulométriques moyennes A sont à peu près identiques, quelle que soit la dimension maximum D de la pierraille, à la condition de les définir, non en fonction des dimensions réelles d (intermédiaires entre O et D) mais en fonction du rapport de ces dimensions d à la dimension maximum D.

C'est ainsi que la composition théorique A, à compacité et à résistance maxima, applicable aux mortiers aussi bien qu'aux bétons à petits ou à gros éléments, se trouve déterminée, en fonction du rapport d/D , au tableau I pour les squelettes de „conassé” (Ac) et au tableau II pour les squelettes de „galets” — (Ag).

4. Les compacités et les résistances — à richesse constante en ciment — dépendent de la dimension maximum et de la forme du squelette. Elles augmentent quand la pierraille a une dimension plus grande. Leurs valeurs sont plus élevées pour des pierrailles de forme arrondie que pour des pierrailles de forme anguleuse.

II. Compositions granulométriques basées sur la facilité de mise en place des mortiers et des bétons

La facilité de mise en place des mortiers et des bétons dépend également de la grosseur maximum du squelette. Elle diminue quand la pierraille augmente de dimension.

C'est ainsi que les bétons de composition A deviennent difficiles à mettre en oeuvre quand la pierraille dépasse 20 m/m. Il est possible, dans une certaine mesure, de corriger la raideur des bétons A en augmentant la quantité d'eau de gâchage; néanmoins, on peut toujours reprocher à ces bétons un manque de liaison entre les matériaux qui les composent et par suite une tendance marquée à la séparation de leurs éléments.

Il est préférable de rechercher l'augmentation de la plasticité dans une modification judicieuse de leur composition granulométrique. Les deux courbes orthogonales O P et Q R des fig. no. 1 et no. 2 subdivisent les deux réseaux de courbes qui y sont tracés en quatre zones ayant comme sommet commun le point A, figuratif de la composition à compacité et à résistance maxima.

Dans les limites de chacune de ces zones, les variations de granulométrie entraînent des variations correspondantes, mais non identiques, de la compacité, de la résistance et de la plasticité, qu'il est intéressant de rapprocher les unes des autres.

En résumé, dans les deux régions situées sous la courbe O P, les compositions sont toutes caractérisées par une réduction dans la quantité des fins, indépendamment des changements dans les proportions de moyens et de gros.

Les éléments fins diminuent d'autant plus que la composition s'écarte de O P; la raideur et l'importance des vides des bétons augmentent, tandis que la résistance ne s'affaiblit que dans une proportion beaucoup moins importante. De telles compositions sont à rejeter de la pratique à cause des difficultés d'exécution qu'elles présentent.

Leur emploi ne se justifie que dans des applications particulières, pour des bétons qui demandent de grands vides.

Les compositions situées au-dessus de la courbe O P présentent des caractéristiques inverses: augmentation de la plasticité avec l'accroissement des fins, mais réduction importante de la compacité et surtout de la résistance.

Toutefois l'allure des courbes montre que ces dernières caractéristiques diminuent beaucoup moins rapidement si l'on augmente les éléments moyens dans une proportion plus importante que les éléments fins. Dans ce cas, les mesures de plasticité à la table à secousses permettent de constater que l'aptitude des bétons à la mise en place s'améliore fortement par suite de la meilleure continuité réalisée dans la gradation de grosseur du squelette. C'est donc dans le secteur R A P qu'il convient de rechercher les modifications à apporter à la composition A.

Les recherches effectuées ont amené à circonscrire la zone des compositions granulométriques des bétons plus plastiques dans un rectangle tel que celui qui est reporté sur la fig. no. 2. Son sommet A est figuratif des bétons à compacité et à résistance maxima; son sommet C donne la granulométrie qui répond au maximum de plasticité tout en n'entraînant pas une trop forte réduction des autres qualités des bétons; le point B, rencontre des diagonales du rectangle, traduit une composition intermédiaire présentant des caractéristiques moyennes.

Les trois compositions A—B—C définissent d'une façon suffisante la zone des granulométries recommandables; elles sont données aux tableaux I et II qui suivent:

TABLEAU I. *Mortiers et Bétons de pierraille concassée.*

Pourcentages en volume absolu des éléments solides de dimensions inférieures à D. (ciment compris)

d/D	1,00	0,80	0,60	0,50	0,40	0,20	0,10	0,08	0,06	0,05	0,04	0,02	0,01	0,005	0,0025
Ac	100	85	69	59	50	43	37	35	33	32	30	24	19	15	12
Bc	100	88	74	67	59	47	39	36,5	34,5	33,5	31,5	25	20,5	16	13
Cc	100	91	81	75	68,5	52	41	38	36	35	33	26,5	22	17	14

TABLEAU II. *Mortiers et Bétons de galets*

Pourcentages en volume absolu des éléments solides des dimensions inférieures à D. (ciment compris)

d/D	1,00	0,80	0,60	0,50	0,40	0,20	0,10	0,08	0,07	0,05	0,04	0,02	0,01	0,000	0,0025
Ag	100	84	68	58	49	40	32	30	28	27	24,5	20	17	13,5	11,5
Bg	100	88	74	66	58	46	35	32,5	30	28,5	26,5	21,5	18	15	12,5
Cg	100	91	81	75	68	51	38	35	31,5	30	28	23	19,5	16	13,5

D'autres séries d'essais, dans lesquelles on a fait varier la richesse en ciment et la quantité d'eau de gâchage dans des limites très larges, ont établi que les indications précédentes étaient d'application générale quelles que soient les conditions de dosage envisagées.

III. *Choix et réalisation des compositions A—B—C*

Le choix de la composition granulométrique dépend du degré de plasticité requis pour les mortiers et les bétons. Ce choix se détermine en tenant compte de la grosseur maximum du squelette à employer, des dimensions des pièces à exécuter et de la façon dont le béton doit être mis en place.

D'une façon générale, la composition A convient pour les mortiers, les compositions A à B pour les bétons dont la dimension du squelette ne dépasse pas 25 m/m et les compositions B à C pour les bétons à éléments plus gros.

La réalisation exacte des gradations de grosseurs recommandées aux tableaux précédents par chacune des compositions A, B ou C serait fort coûteuse et sans avantage appréciable. Pratiquement, il suffit de choisir les proportions des différents lots de matériaux dont on dispose de façon à composer un squelette qui, associé au ciment, soit d'une granulométrie chevauchant sur la composition type choisie.

Les meilleurs résultats sont obtenus quand cette granulométrie comporte, pour les diverses valeurs du rapport $\frac{d}{D}$, des pourcentages d'éléments qui se présentent, par rapport aux pourcentages théoriques, avec des alternatives d'excès et de défaut

se compensant sensiblement entre eux. Cette condition doit être principalement observée pour les proportions d'éléments moyens et surtout pour les pourcentages d'éléments fins, car ce sont les variations dans les proportions de fins qui ont l'influence la plus marquée sur la compacité et la résistance.

IV. Résistances des mortiers et des bétons

L'allure des courbes de compacité et de résistance permet d'assurer qu'il doit exister une relation entre la compacité et la résistance, qui, sans être générale, est applicable au moins dans certaines limites. D'autre part, il est évident que la résistance des mortiers et des bétons est fonction de leur richesse en ciment.

Il semble donc que la détermination à priori de la résistance peut se faire par la connaissance de ces deux caractéristiques principales: la richesse en ciment et la compacité.

La plupart des expérimentateurs sont arrivés à exprimer la résistance unitaire à la compression Z' par une fonction qui dépend de ces deux facteurs ou de termes qui en tiennent compte d'une façon directe ou indirecte.

$$Z' = f \left[\frac{c \text{ (richesse en ciment)}}{\text{terme dépendant de la compacité}} \right]$$

Le terme qui marque le mieux l'influence de la compacité exprime la caractéristique inverse de la compacité c'est-à-dire le vide des mortiers et des bétons: eau (e) + air (v).

$$e + v = 1 - \text{compacité}$$

Les formules les plus répandues et les plus simples négligent dans cette expression le vide v, ce qui peut s'admettre pour des bétons de consistance assez humide, exécutés avec soin et bien compacts (tels ceux qui répondent aux compositions A — B ou C).

Dans ce cas, la résistance Z' devient une fonction de $\frac{c}{e}$ ou de son inverse $\frac{e}{c}$, e et c s'y trouvant exprimés soit en volume absolu, soit en volume apparent, soit en poids.

En outre, il semble que la fonction qui définit le mieux toutes les conditions qui influent sur la résistance:

- nature et forme du squelette,
- fabrication, exécution, conservation, âge des bétons,
- forme et dimensions des éprouvettes soumises aux essais,
- qualité du ciment,
- doit être de la forme générale:

$$Z' = f \left(\frac{c}{e} \text{ ou } \frac{e}{c}, K, K' \right)$$

les valeurs des constantes K et K' étant déterminées lorsque sont fixées les conditions énumérées ci-dessus.

Parmi les diverses fonctions de cette forme, qui ont été appliquées aux résultats de nos essais, la formule

$$Z' = a \frac{c}{e} - b \text{ ou } Z' = K \left(\frac{c}{e} - K' \right) \quad (1)$$

avec $\frac{c}{e} = \frac{\text{poids de ciment}}{\text{poids d'eau}}$

présentée dans le rapport de la *commission suisse du béton coulé* — se vérifie être la plus simple et la plus exacte pour certaines valeurs de $\frac{c}{e}$ dont les limites sont à déterminer expérimentalement. La limite supérieure d'emploi correspond à des dosages très riches en ciment qui ne sont pas d'application courante.

Pour des valeurs de $\frac{c}{e}$ plus petites que sa limite inférieure d'emploi, elle peut être complétée par la formule:

$$Z' = K'' \left(\frac{c}{e} \right)^{3/2} \quad (2)$$

Dans les conditions d'exécution de nos essais ¹⁾, la loi de *Bolomey* (3) analogue à la formule (1) dans laquelle $K' = 0,5$ a été en accord avec nos essais à $\pm 10\%$ près:

$$Z' = K \left(\frac{c}{e} - 0,5 \right) \quad (3).$$

Le diagramme de la fig. no. 4 est tiré de l'étude comparative que nous avons faite des principales formules de résistance proposées. Plusieurs de ces formules s'expriment en fonction du rapport $\frac{e}{c}$, c'est ce qui nous a conduit, au cours de notre étude, à présenter la loi de *Bolomey* en fonction du même rapport $\frac{e}{c}$ inverse de celui qui est exprimé dans la formule (3). Il est évident que c'est la fonction linéaire (3) qui reste la plus simple et la plus pratique.

La fig. no. 4 montre que la loi de *Bolomey* est aussi exacte que possible pour des valeurs de $\frac{e}{c}$ comprises entre 0,4 et 1,00.

Pour des valeurs de $\frac{e}{c} > 1,00$ la loi

$$Z' = \frac{K}{2 \left(\frac{e}{c} \right)^{3/2}} \quad (3')$$

convient mieux.

$\frac{e}{c}$ est l'inverse du rapport en poids ciment-eau; K a la même valeur dans les 2 formules (3) et (3'); c'est une constante qui dépend de la qualité du ciment et de

¹⁾ Mortiers et bétons de ciments Portland artificiels, de porphyre concassé, avec sables siliceux, ou poussier de porphyre. Cubes de 20 cm. de côté, conservation à l'air humide, température 15° à 18° C.

l'âge des mortiers et des bétons, les conditions de conservation et les dimensions des éprouvettes soumises aux essais restant constantes.

Plusieurs autres séries d'essais ont été exécutées dans des conditions identiques avec des ciments Portland artificiels de qualités différentes.

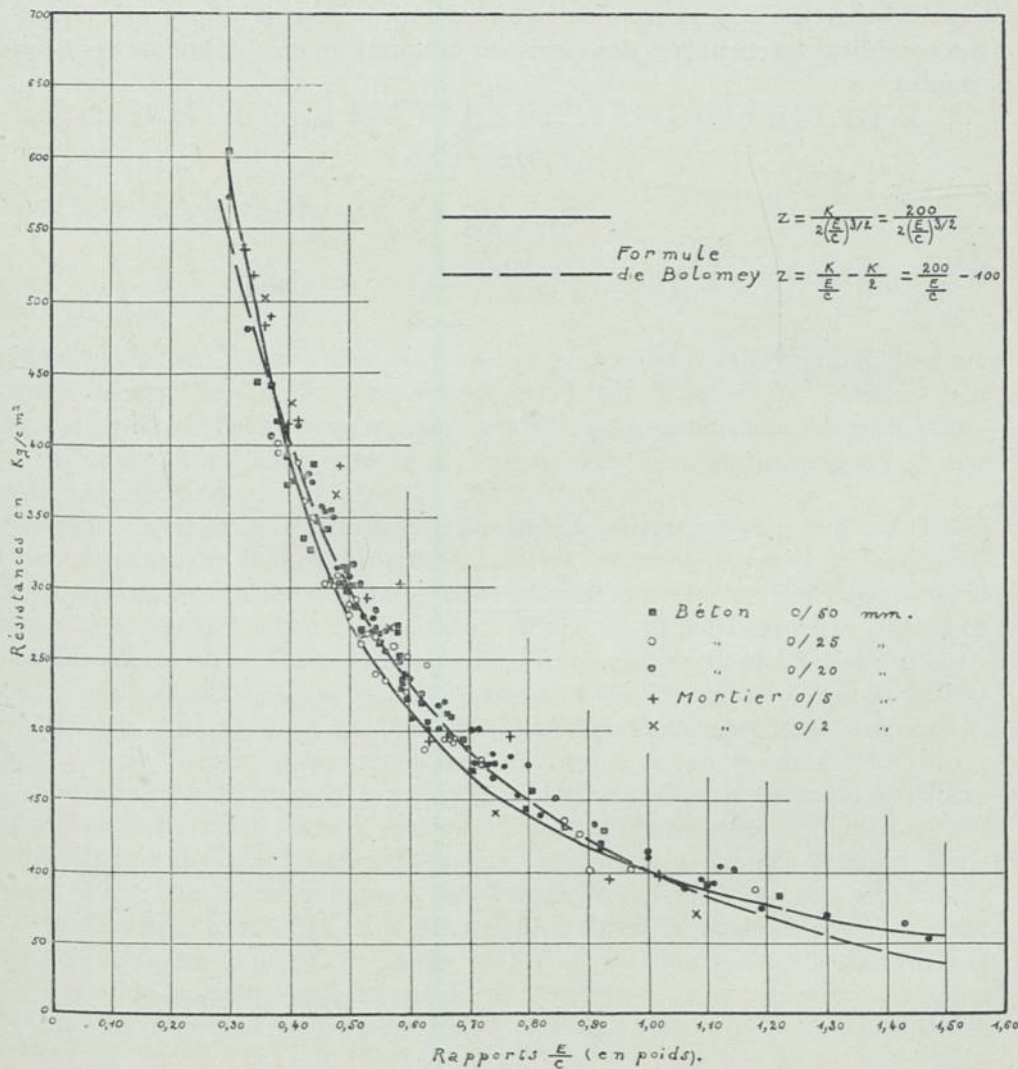


FIG. no. 4. Résistance à 28 j. des mortiers et des bétons en fonction du rapport $\frac{e}{c}$

Une d'entre elles ne s'est pas vérifiée pour K' (formule no. 1) égal à 0,5. La courbe moyenne des résistances de cette série d'essais répond à une valeur de $K' = 0,6$.

Il semble donc que K' ne peut prendre comme dans la formule (3) — la même valeur dans tous les cas.

En conclusion, il est à remarquer que pour être d'application générale, la fonction Z' doit dépendre de *deux constantes*, inconnues à priori et qu'il faut déterminer expérimentalement.

Il importerait de poursuivre l'étude du problème de la détermination de la résistance des mortiers et des bétons de façon à définir le degré d'influence de chacune des conditions particulières des essais sur la variation de chacune de ces deux constantes.

BERICHT ÜBER WETTERBESTÄNDIGKEIT DER GESTEINE

von

PROF. DR. A. STEUER, DARMSTADT

Die Aufgabe, ein Referat über die Untersuchungen der Wetterbeständigkeit der Steine in Deutschland in den letztvergangenen 10 bis 12 Jahren zu geben, ist sehr erschwert, weil aus bekannten Gründen derartige wissenschaftliche Arbeiten jahrelang fast ganz geruht haben und in der neusten Zeit Veröffentlichungen erst sehr spärlich erfolgt sind.

Vor etwa 15 Jahren veröffentlichte Hirschwald — zum grössten Teil auf Untersuchungen in seinem Institut fussend — mehrere zusammenfassende umfangreiche Werke, die die Grundlage für Wetterbeständigkeitsuntersuchungen wenigstens in Deutschland gebildet haben und auch noch bilden. Es ist ganz natürlich, dass noch nicht alle angegebenen Methoden befriedigt haben und erschöpfend sind. In neuerer Zeit wird namentlich, da man für technische Zwecke in der Regel nicht erst monatelange Prüfungen im Laboratorium anstellen kann, nach abgekürzten Verfahren gestrebt. Dazu ist in erster Linie der Ausbau der petrographischen Untersuchungen notwendig, ferner, insoweit die Beständigkeit der Gesteine an Hochbauwerken in Betracht kommt, Analyse der Zusammensetzung der Luft und Berücksichtigung der klimatischen Elemente namentlich in grossen Städten. Veranlasst durch die Untersuchungen der Verwitterungserscheinungen am Kölner Dom und anderen wertvollen alten Bauten, über deren Ergebnis jedoch noch keine Berichte vorliegen, gab Erich Kaiser 1915 eine zusammenfassende Darstellung über Art und Gang der Verwitterung im allgemeinen und liess mehrere Arbeiten über die Einwirkung der schwefligen Säure auf Mineralien und Gesteine in seinem Institut ausführen. Lotz und Flörke fanden dabei u.a., dass am stärksten die farbigen Gemengteile, Nephelin, Olivin, Augit und Hornblende angegriffen werden, während Feldspäte, Glimmer, auch Titaneisen, Magneteisen und Roteisen am widerstandsfähigsten sind. Quarz wird überhaupt nicht angegriffen. Die basischen Gesteine verwitterten im allgemeinen stärker als die sauren, die Basen werden herausgelöst, Kieselsäure bleibt zurück. Wichtig ist auch die Beobachtung, dass Kalksteine rascher verwitterten als Aragonit und Kalkspat. Abweichend von der normalen Verwitterung bestehen die Verwitterungsprodukte der Silikate nicht aus

Aluminiumkieselsäuren, Eisenoxysilikaten usw., sondern aus Sulfiten und Sulfaten aller Basen. Eine gewisse Ähnlichkeit mit den Zersetzungsprodukten, die während der Thermalperiode bei der Gesteinserstarrung sich bildeten, ist zu erkennen.

Der sich immer mehr steigende Automobilverkehr fordert vollkommene Erneuerung der Strassen. Unter den Gesteinen, die dabei verwendet werden, steht mit an erster Stelle der *Basalt*, der ja auch zu Uferbauten vielfach verwendet wird. Es besteht aber der Nachteil, dass manche Basalte, obwohl sie im Steinbruch vollkommen frisch sind, nach kurzer Zeit unter der Einwirkung mechanischer Verwitterung, des sogenannten *Sonnenbrandes*, zerfallen. Man sucht nach Mitteln, diese Krankheit rechtzeitig zu erkennen. Zahlreiche Petrographen haben sich mit dieser Frage bis in neuste Zeit (Schwantke) beschäftigt, auch in dem von mir geleiteten Institut ist das der Fall, wobei ich mit meinem Assistenten, Herrn Privatdozenten Dr. Drescher, zusammengearbeitet habe. Eine endgültige Lösung der Frage nach der Ursache der störenden Erscheinung und ein *einfaches, leicht anwendbares Mittel* zu ihrer Erkennung ist zwar auch bis jetzt noch nicht gefunden, doch sind wertvolle Fortschritte bei der Untersuchung gemacht.

Unter den vorgeschlagenen chemischen Mitteln, mit denen die am besten geschliffenen und mattpolierten Basaltplatten zur Feststellung der Sonnenbrandgefahr behandelt werden sollen, hat sich nur das anhaltende Kochen in destilliertem Wasser bewährt. Es wird damit, — allerdings nur bis zu gewissem Grade — ein beschleunigter Verwitterungsvorgang nachgeahmt. Es ist bekannt, dass eines der Anzeichen für Sonnenbrandverdacht in dem Erscheinen grauer Flecken besteht. Man hat darum lange Zeit *jeden* Basalt, der solche Flecken aufweist oder bei der Ätzung bekommt, als sonnenbrandverdächtig verworfen. Das ist nicht ganz richtig, denn es gibt Basalte, die solche Flecken manchmal in sehr grosser Menge erhalten, die aber dennoch nicht zerfallen. Man sieht zuweilen solche Gesteine in der Strasse, sie sind nach längerer Lagerung und Abnutzung blatternarbig und meist recht glatt geworden, wobei also nur die graue Substanz herausgewittert ist. Graue Flecken *allein* sind darum noch kein unbedingter Beweis für Sonnenbrand. Sehr charakteristisch und dann ausschlaggebend ist es aber, wenn von diesen Flecken spinnenbeinartig feine Risse ausgehen, die sich mit denen von anderen Zentren in mannigfaltiger Weise kreuzen und über die ganze behandelte Platte erkennbar, unregelmässig polyedrische Körper begrenzen. Letztere sind dann die rundlichen Körner, wie man sie von zerfallenen Sonnenbrandbasalten her kennt. Diese feinen Risse werden bei der Behandlung in der Regel mit den Flecken sichtbar und treten noch deutlicher hervor, wenn man die Platten einige Tage auf einem Heizkörper oder an Luft und Sonne liegen lässt. Es gibt aber auch Basalte, die nur spärlich derartige Flecken bekommen, ja sie können auch ganz ausbleiben. Immer erscheinen dann aber die Risse.

Man kann feststellen, dass echter Sonnenbrand, der also mit vollkommenem Zerfallen des Basaltes endet, bei *deutlich körnigen* Gesteinen *nicht* vorkommt. Wenn man im Dünnschliff an feldspatreichen Basalten ausgesprochene ophitische Anord-

nung der Feldspatleisten beobachtet, wie sie vergleichsweise besonders den Diabasen eigen ist, so pflegt nach unserer bisherigen Erfahrung echter Sonnenbrand nicht aufzutreten. Diese genannte ophitische Struktur ist allen Basalten, die der kieselsäurereichen Reihe angehören, eigen. Das Fehlen des Sonnenbrandes an ihnen wurde schon früher von Schottler und anderen erkannt.

Typischer Sonnenbrand ist besonders den dichten kieselsäureärmeren und glashaltigen Basalten eigen, die in der Regel nicht so reich an Feldspäten sind und auch keine ophitische Anordnung derselben unter dem Mikroskop erkennen lassen. Die Veranlassung für den Zerfall bildet vermutlich nicht, wie früher zumeist angenommen worden ist, Nephelin, sondern es sind Zeolithe, unter denen, wie es scheint, der Analcim eine wesentliche Rolle spielt. Da dieser nun regulär kristallisiert und unter dem Mikroskop nur niedrige Lichtbrechung besitzt, so ist es möglich, dass er von manchen Beobachtern teilweise mit farblosem Glas verwechselt worden ist, denn in gewissen Schnitten bleibt er im polarisierten Licht, wie ja auch das Glas, dunkel, andere zeigen anormale Doppelbrechung, wie es aber bei Glas ebenfalls vorkommen kann. Entscheidend wären wohl die Trichitenbildungen im Glas. Basalte, in denen *nur* Zeolithe vorkommen, also kein Glas, scheinen keinen Sonnenbrand mehr zu erleiden. Grössere Mandeln von Zeolith sind nicht gefährlich.

Ich hebe also nochmals hervor, dass charakteristisch für Sonnenbrand nach dem jetzigen Stande unserer Untersuchungen graue, *in der Regel etwas zerfranzte* Flecken sind, von denen nach allen Seiten hin spinnenbeinartige Risse ausgehen. Die Flecken sind vermutlich Querschnitte durch Analcimknöllchen, oder doch Stellen der Anreicherung dieses Minerals, auch die feineren Risse erweisen sich bei stärkerer Vergrösserung als mit solchem Zeolith erfüllt.

Da nun auch andere Zeolithe öfters in Menge in den Basalten vorkommen, manchmal aber auch Kalkspat, welche ebenfalls bei anhaltender Behandlung mit destilliertem Wasser angegriffen werden, so ist es leicht verständlich, dass es auch Basalte gibt, die Flecken bekommen, welche aber ungefährlich sind. *Die Unterscheidung solcher verschiedenartigen Basalte ist aber sehr schwierig und erfordert zum wenigsten grosse Übung.*

Die Untersuchungen werden fortgesetzt, sind aber sehr zeitraubend, namentlich wegen der erforderlichen chemischen und mechanischen Analysen. Sie sind auch schwierig, weil die Anwendung optischer, petrographischer und mineralogischer Arbeitsmethoden unerlässlich ist.

Der in der Praxis stehende Ingenieur kann sich naturgemäss, wenn er Basalt, der sich durch eine Reihe von vortrefflichen Eigenschaften gerade für Strassen und Wasserbau ganz besonders eignet, verwenden will, nicht erst mit solchen Untersuchungen beschäftigen. Er ist auf die Mitarbeit des Geologen angewiesen, der im Laboratorium wie im Anstehenden seine Beobachtungen zu machen hat. Es ist aber gerade darum unbedingt notwendig, dass auch der leitende Ingenieur oder Architekt über ein gewisses Mass von geologischen und Gesteinskenntnissen verfügt, um sich selbst ein richtiges Urteil bilden zu können. Gerade beim Basalt macht sich solche Notwendigkeit geltend. Es wird vieles als Sonnenbrand bezeich-

net, was garnichts mit diesem zu tun hat. Vor allem dürfen die weissen Zeolithmandeln, die in manchen Basalten vorkommen, nicht mit Sonnenbrandflecken verwechselt werden.

Für die Herren, die sich für die besprochene Sonnenbrandfrage interessieren, habe ich einige in meinem Institut von untersuchten Basalten entnommene Platten ausgestellt, die ich zu betrachten bitte.

DIE URSPRÜNGLICHEN GESTEINSARTEN NIEDERLANDISCHER BAUTEN ALTER ZEIT, DEREN ENTSTEHUNG, HERKUNFT UND VERWITTERUNG

von

A. L. W. E. VAN DER VEEN

ENTSTEHUNG VON NATURSTEIN

Jeder Geologe hat seine eigene Anschauungen über die Entstehung der Gesteine. Ich lege den Sedimenten eine grössere Bedeutung bei, und zwar aus folgenden Gründen:

Auf Grund der Panzerdecktheorie Stübel's hatte ich vor etwa fünfzehn Jahren meine Privatanschauungen über die Beweglichkeit der Erdkruste, veranschlagte die Dicke der sedimentären Erdkruste auf fünfzehn Kilometer, schlug eine Gradmessung Südkaliforniens vor, aber mass der Arbeit der Meeresströmungen einen zu grossen Einfluss bei.

Nach Kelvin wird die Erde immer ein Rotationskörper bleiben, wäre sie auch so hart wie Stahl. Hierauf gründete ich meine Zentrifugaltheorie, gemäss welcher die Kontinente rotieren, obgleich sie sich nicht verhalten wie erstarrte Blöcke, welche in einem Magma schwimmen.

Die ideelle Erdgestalt, wobei ein gleichtiefes Meer den ganzen Kugel umfasst, ist nicht gelungen, dennoch wird es niemals mehr Land als Wasser geben, denn die Gesamtmasse der Ozeane hält jene der Kontinente im Gleichgewicht.

Bei der Zentrifugalentmischung der beiden Phasen drehen sich die Kontinentalblätter rechts um ihren Schwerpunkt, können daher nie wurzelfest werden.

Gneise, Glimmerschiefer und andere druckmetamorphe Gesteine stellen die Rutschfläche dar, welche örtlich zu Tage tritt und deren Substanz für Dachschuppen Verwendung findet.

Allem Anschein nach werden die innern Magmen (Urmagmen) niemals dem menschlichen Auge zugänglich und sind die bekannten Tiefen- und Ganggesteine hauptsächlich durch schmelzen und ausschmelzen von Sedimenten entstanden.

Vielleicht stammt die Vulkanwärme aus dem Erdinnern, vielleicht ist sie das Äquivalent der genannten Zentrifugalarbeit.

Auch könnte man Vulkanismus und Erdöl verknüpfen, was jetzt einen zu Wernerischen Eindruck macht.

Die Streckungserscheinungen der Rutschfläche veranlassen mich die Gleitungserscheinungen in Kristallgitter kurz zu memorieren.

Wir röntgenographieren keine Atome aber nur elektrische Interferenzen welche uns von den Zentren der Atombahnen vorgetäuscht werden. In manchen Fällen werden die Bilder noch durch Zwillingsbildung verdichtet, denn man ist nicht im Stande gesetzmäßig hintereinander stehende Gitter von durcheinanderstehenden zu unterscheiden.

Es hat Sie vielleicht verwundert dass es im Weltraum nur bidimensionale Bahnen gibt, aber drei Schwingungen derselben Periode setzen sich immer nur zu Ellipsen zusammen. Jeder Anstoss ändert nur Achsenlänge und Bahnfläche.

Jedes Kristallgitter repräsentiert eine etwa homogene Welt.

Jedes Molekül ist das Embryo eines Gitters und zeigt fast nur Notbindungen, welche sich zu Gitterstäben umlenken müssen.

Das Gitter jedes Elementes zeigt bei jeder Temperatur das ihm eigentümliche Parameterverhältnis.

Treten einige Elemente zu einer Verbindung zusammen, so werden sich später die Parameter der Verbindung aus den Parametern der komponierenden Gitter und deren Atomnummer rechnerisch ergeben.

Es ist mir gelungen mit der von mir vorgeschlagenen topischen Ellipsoide in der Bariumsulfatreihe, nach Messung der Parameterverhältnisse einiger Glieder die Parameterverhältnisse weiterer Glieder dieser Reihe aus den Atomgewichten vorherzusagen mit einer Genauigkeit von 6%.

Hätte ich statt der Atomgewichte die Atomnummer gewählt, so wäre vielleicht eine grössere Genauigkeit erreicht, aber die Parameterverhältnisse der Isotopen dieser Reihe sind noch nicht gemessen worden.

Gleiten ist eine umkehrbare Erscheinung (nicht thermodynamisch gemeint).

Gleitungs- und Spaltungsebene sind verschieden.

Bei jeder Gleitung gibt es zwei gleichwertige Gleichgewichtslagen.

Das Gitter sträubt sich in der erwünschten Richtung und verdichtet dabei durch Zwillingsbildung. Die Gitterenergie nimmt ab, die Symmetrie meistens zu.

HERKUNFT EINIGER URSPRÜNGLICHEN GESTEINSARTEN

ZIEL

Beim Anblick unserer alten Gebäuden kam ich vor etwa zehn Jahren auf den Gedanken, dass es nur zu Gunsten dieser Monumente sein konnte, dieselben mit den besseren Arten der ursprünglichen Gesteine auszubessern, erstens weil das Ausbessern vielleicht unsichtbar geschehen könnte, zweitens weil die Natur selbst ein Zeugnis über die Eigenschaften des Materials ausgereicht hat. Diese Idee fand Einklang beim Direktor der Reichsdenkmalpflege und bald waren meine Untersuchungen so weit, dass ich ratgebend mitarbeiten konnte.

REINER SANDSTEIN

Reine Quarzsande sind für die Glasindustrie von grösster Bedeutung.

Deren mit Quarz verkittete Form ist ein Sandstein mit mehr als 95% Kieselsäure, ausserordentlich wetterfest und vorzüglich zu Monumentalarbeiten geeignet.

Verwitterung, fließendes Wasser und Wellenschlag sind nicht im Stande ein Sediment derart rein zu sortieren. Es muss eine andere Ursache vorliegen.

Neuerdings fand ich die Lösung dieser Schwierigkeiten.

Es gibt in Sanddünen Süßwassertümpel auf Meeresniveau, worin das sogenannte „plaatzand“ ansteht und deren Spiegel von den Gezeiten beeinflusst wird.

Wahrscheinlich sind sie eine postglaziale Erscheinung indem die Wassermenge, obgleich örtlich vom Regen nachgefüllt, untermeerisch mit diluvialem Grundwasser in Verbindung ist, also entstand als die Nordsee noch trocken lag.

Ich suche jetzt auch die von der Kultur verschütteten Tümpel als Naturmonument für die Gemeinde Haag zurück.

In dem Wassertümpel tobt das „plaatzand“ triebsandartig mit den Gezeiten auf und ab wie in einer Kolbensenkmaschine, daher wird keiner erstaunen wenn schliesslich reines Quarzsand vorliegt.

Derartigen Substanzen, stellenweise zu Sandstein erhärtet, begegnet man öfters auf Erde. Für die holländische Bautechnik von Interesse sind die teutoburger Gegend (Suddendorf-Isterberg-Bentheim-Gildehaus-Losser) und das Wurmthal (Nivelstein).

Bei meiner Untersuchung der Bauten stellte sich heraus, dass die Verwendung vom nivelsteiner Sandstein auf Limburg beschränkt blieb.

Auch suddendorfer, isterberger und bentheimer fanden nur beschränkte Verwendung.

Nach der mikropetrographischen Methode konnte ich nachweisen dass die Hauptmasse stammt aus einzelnen bentheimer Schichten der gildehauser Gegend. Die etwas höheren spongiärenreichen gildehauser Schichten sind untauchlich.

In Losser sind alle Horizonte vertreten, jedoch ist dieses Vorkommen dem gildehauser gegenüber bis jetzt nicht konkurrenzfähig.

In der Verlängerung vom Isterberg ist noch kein holländischer Sandstein abgeschlossen.

Der Isterberg ist die regelrechte, bis nach England hinüberreichende Fortsetzung des teutoburger Waldes, während der bentheimer Bogen nur eine Schlepplungserscheinung längst der teutoburger Überschiebung ist.

Übrigens ist die teutoburger Störung nur ein Teil einer grossen Überschiebung, welche ganz Europa durchquert, und längst der, nach meiner Zentrifugaltheorie stetige Bewegungen stattfinden, verursacht von der Rotation Afri-Eur-Asiens um seinen Schwerpunkt.

Das Material ist von der Vechte zu den Bauten getragen. Bekanntlich war diese früher bis Schüttorf für kleine Meeresschiffe zugänglich, was auf ziemlich starke Bodenbewegungen in historischer Zeit hinweist. Diese wurden vielleicht von Steinsalzlagern veranlasst oder von stetigen Bewegungen längst der genannten teutoburger Störung, eine Überschiebung alpiner Art, mit der auch die Konturen der Zuiderzee in Einklang sind.

An den jetziger Ausbesserungen der grossen Kirche in Alkmaar kann man sehen, wie vollkommen der neu gebrochene gildehauser zu dem auch bunt geflammten alten Material stimmt. Er stammt aus einem Bruch dessen Erbzeichen später vereinzelt an alten Bauten in den östlichen Provinzen der Niederlande zurückgefunden wurden.



ABB. 1

ger Struktur hat sich gut bewährt, weshalb wir jetzt das Material aus Ettringen beziehen.

Wie jeder Tuffstein ist der Ettringer ein wildes Material, weshalb wir gezwungen sind ihn fortwährend aus anderen Brüchen zu beziehen. Dennoch ist, mit strenger Auswahl, vorzüglicher Stein zu bekommen, für alle Konstruktionsformen geeignet.

Der Ettringer Tuffstein wurde wahrscheinlich vom Riedener Vulkan ausgeworfen. Früher suchte man den Ursprung vom Brohltuff in der Laacher See, aber nach den jüngsten Anschauungen sei diese nur eine abgeschnürte Rheinschlinge (Meander), welche vielleicht von einer Senkung nach Art des Neu-

Abbildung 1, angefertigt von Bauführer De Kort in Alkmaar, zeigt uns wie wenig dieser Stein in etwa vier Jahrhunderten nachgibt obgleich er immer ganz frei Frost und Meereswind widerstand.

Legt man ihn jedoch auf dichten Kalkstein, so sättigt er sich mit Wasser, zerfriert und verweht, wie man ersieht aus der Abbildung 2. Diese und einige der anderen Aufnahmen meiner Beobachtungen war Bauführer De Kort so freundlich für mich anfertigen zu lassen.

TUFFSTEIN

Der Tuffstein unserer Bauten stammt aus dem Brohlthal und aus der Weiberner Gegend.

Nur der Weiberner Stein mit Ettring-

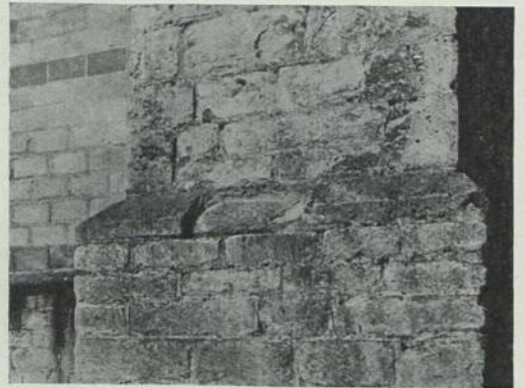


ABB. 2

wieder Beckens veranlasst wurde und nur ganz lokal eruptive Tätigkeit zeigte.

Es würde mich nicht wundern, wenn die Eifeler und auch die rezente Vulkane eine postglaziale Nachwirkung zu Grunde hätten, denn die Ansteigung des Meeres und der Eisverlust der Kontinente hat das Gleichgewicht der Phasen zerstört, daher muss Emporhebung und Rotation der Kontinente bis zur Ausgleichung eintreten.



ABB. 3

krankheit verletzt, seine Jahrhunderte ebensogut wie gildehauser Sandstein, wie aus Abbildung 3 erhellt.

GOBERTANGE

Bauführer Van Der Meer in Breda fand in altem Mauerschutt über einem Chorgewölbe der dortigen grossen Kirche ein unbenutztes Ornament in Gobertange. Dieser vorzügliche Kalkstein kommt nur in Bänken von etwa fünfzehn Centimeter Dicke vor und zwang die alten Baumeister zum Aufeinanderstapeln niedriger Skulpturen, wovon ich das Belegstück vorführe. Die betreffende Gobertange-Gothik lässt sich aus anderen Gesteinsarten nur schwierig nachahmen, dennoch gab die Grundform Herrn Van Der Meer das Motiv auch für die Bleiornamente auf dem Dache dieser Kirche.

Gobertange ist sehr empfindlich für Mörtelschaden und zeigt bald eine Rundung der Blöcke, welche den Reiz seines Alters nur erhöht. Nichtsdestoweniger trägt er, von dieser Jugend-

WEITERE BEOBACHTUNGEN

VERWITTERUNG

Mit den genannten und einigen anderen Gesteinsarten ist die Reparatur unsichtbar auszuführen wenn es dem künstlerischen Blick des Architekten entspricht.

Jedoch war das ursprüngliche Material nicht immer haltbar und in dieser Hinsicht wurden früher schwere Fehlgriffe gemacht.

Schlecht bewährten sich viele Dachschiefer, deren Schuppen uns nur vereinzelt überliefert sind und in dieser Hinsicht dem Blei zurückstehen.

An jüngeren Bauten hat sich herausgestellt, dass Verbindungen von Kohlenstoff (Carbonate sowie organische Stoffe) und von Schwefel (Sulfide und Sulfate) möglichst im Material zu vermeiden sind. Kristallographisch gesprochen sind also

das Kohlenstoffgitter und das Schwefelgitter da nicht in wetterfesten Zwangzuständen.

Weiter gibt es Schiefer, welche ihres unreifen Charakters wegen untauchlich sind indem sie aufquellen, oder auch solche welche zufolge der splitterigen Struktur zerfriren.



ABB. 4

Die Zerlegung von jedem Naturstein wird von der chemischen Verwitterung angefangen, vom Frost begünstigt und vom Wind vollendet.

Sofort sich in irgend einem Teile das Wasser fast bis zur Sättigung ansammeln kann, musz jeder Stein entzwei, denn seine Zugfestigkeit erreicht niemals ausreichende Werte. Je besser das Material das Wasser wie ein Löschblatt verteilt, um so

länger sichert es sich vor Frostschaden. Deshalb muss jeder Stein so eingefasst sein, dass Regenwasser durchsickern kann und nicht gezwungen wird zur Tagesseite zurückzukehren.

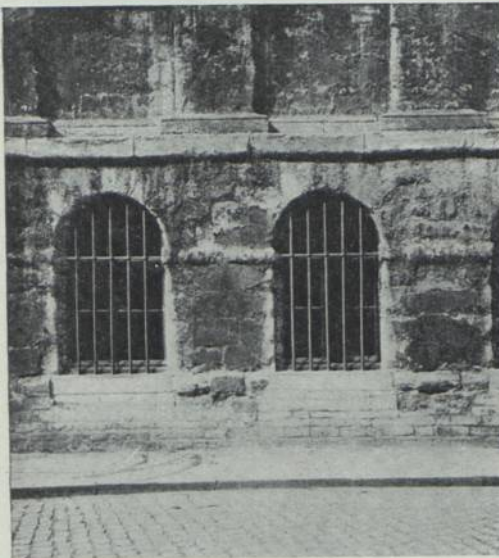


ABB. 5



ABB. 5

Während das Wasser nach der Verdunstungsfläche zieht, verwandelt es sich in eine gesättigte Lösung der natürlichen Kittmasse und der schadhafte Bestandteile im Gestein, eine Höhlung hinter der krustenförmigen Neubildung zurücklassend (Abb. 4 und 5), weshalb ein Naturstein niemals widersinnig eingesetzt werden musz.



ABB. 7

Bauten nur als eine Jugendkrankheit, weshalb ein Studium der ursprünglichen Mörtel immer von grossem Interesse bleibt.

Man benutzte meistens schwach gebrannte sandreiche Mörtel, welche das Material immer in Durchlässigkeit übertrafen, woran wir es wahrscheinlich verdanken, dass auch schwach gebrannter Backstein fast unversehrt blieb.

Bisweilen werden diese schadhafte Bestandteile stetig von der Luft herangeschleppt, wie z.B. die Magnesiumsalze, welche ihren Säuregehalt dem Kalkstein übertragen, wodurch Calcium als Chlorcalcium verschwindet und das Material örtlich in mürbes Magnesitmehl verwandelt. (Abb. 6).

MÖRTEL

Hat ein Stein gute Eigenschaften, so werden diese manchmal vom Mörtel verdorben und in dieser Hinsicht sündigt die Neuzeit mehr als das Altertum. (Abb 7 und 8).

Mörtelschaden finden sich an alten



ABB. 8

ZEMENT

Zement wurde vor etwa fünfzig Jahren zum Heranmodellieren halb verschwundener Teile verwendet (Abb. 9).

Es hat diese Reste zersetzt indem es die Verdunstung beeinträchtigte, oder weil es mit dem Gestein (namentlich Tuffstein) in Wechselwirkung trat, indem es Calcium abgab und Alkaliën aufnahm.

EISEN

Sehr schlecht hat sich das Eisen in Naturstein und Backstein bewährt. Bau-
führer De Kort in Alkmaar hat davon manche Belegstücke in der dortigen Kirche

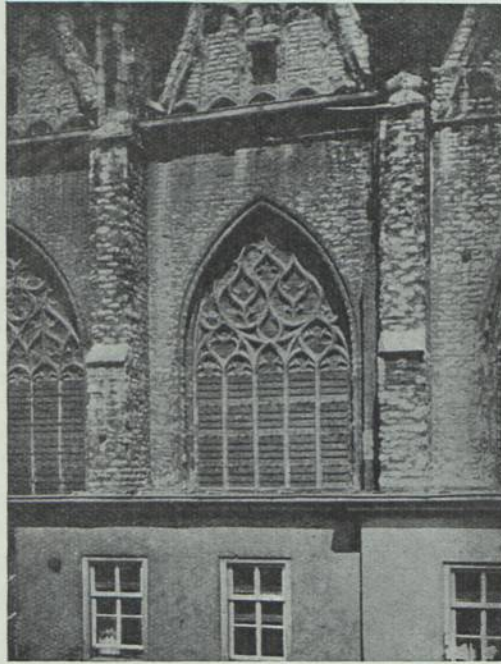


ABB. 9

exponiert. Faustgrosse Verbindungen haben sich in kopfgrossen Eisenerzmassen
umgewandelt, welche meterdicke Mauer zerrissen haben.

ÉTUDE PÉTROGRAPHIQUE DE CERTAINS GRÈS POUR DÉTERMINER LEUR RÉSISTANCE AUX INTEMPÉRIES

par

MADDALENA LEO

Docteur, Ingénieur, Inspecteur en chef Sup. des Chemins de Fer italiens de l'État

Parmi les matériaux lithoïdes de construction existant en Italie, il y en a un très important: c'est le grès, parce que son développement est remarquable dans certaines zones très étendues des Apennins où on ne trouve guère d'autres matériaux qui puissent être employés comme pierre de taille. Il suffit de rappeler à ce propos que la plus grande partie des villes de la Toscane sont bâties avec du grès et que même en Florence il est presque exclusivement employé, soit dans les constructions, s'adaptant magnifiquement à la sobre architecture classique, soit pour le pavage des rues.

On comprend aisément que les techniciens italiens sont très préoccupés du problème de la résistance à la gelée de ce matériel qui a des caractéristiques fort variables soit en différents points d'une même couche que dans les différentes couches comprises dans une unique carrière.

Depuis plusieurs années on construit en Italie une nouvelle ligne de chemin de fer, très importante, qui joindra Bologne à Florence, réduisant le parcours kilométrique et diminuant essentiellement les distances virtuelles, par un grand tunnel à travers les Apennins, dont la longueur atteindra 18510 m.

Cette ligne qui pourra être mise en exploitation d'ici à quatre ans, est une des plus grandes constructions de chemin de fer de l'Europe et coûtera environ 1 milliard de lire; on pourra ainsi réduire la durée du parcours entre Bologne et Florence au moins deux heures (tandis qu'aujourd'hui on en emploie 4), en rendant plus faciles les communications entre la vallée du Po et l'Italie Centrale.

Dans toute la région traversée par cette ligne, la seule roche convenable aux constructions c'est le grès qui se présente à des niveaux géologiques différents depuis l'éocène inférieur jusqu'au miocène supérieur avec des caractères pétrographiques également divers.

A propos des études préparatoires avant la construction de cette ligne et pendant la construction même, l'Institut Expérimental des Chemins de fer italiens de l'Etat a étudié nombre d'échantillons de grès provenant de plusieurs carrières de

la région, dans le but de connaître profondément les caractéristiques physiques, chimiques et mécaniques en relation avec la composition minéralogique des grès mêmes.

Les grès les plus anciens qui forment le noyau central des Apennins se présentent en couches dont l'épaisseur varie entre 0,50 et 2 m. et quelquefois, exceptionnellement, atteignant 4 m.; des schistes argileux compacts et des couches de marnes gréseuses y sont intercalés. Les grès ont une couleur grise-bleuâtre dans la fracture fraîche, tandis que les surfaces altérées montrent ordinairement une couleur jaune-rougeâtre à cause de l'hydratation des composés de fer. La composition minéralogique des grès des Apennins Tosco-Bolonais est très uniforme. De l'étude d'une centaine d'échantillons on a déduit les caractères pétrographiques suivants:

Il s'agit toujours de grès d'origine polygénique. Le minéral prédominant c'est le quartz que l'on trouve soit en grains arrondis, soit, mais moins souvent, en fragments anguleux à arêtes plus ou moins arrondies. Le quartz se présente d'ordinaire sans inclusions d'autres minéraux, mais il contient souvent des inclusions liquides et gazeuses. Quelquefois le quartz a une extinction ondulée très marquée que l'on peut attribuer à des actions de compression opérées sur les roches originaires dont ces fragments proviennent. La teneur en quartz, dans les échantillons examinés, varie de 6 jusqu'à 70 % ¹⁾.

Les feldspaths ne sont pas fréquents; toutefois lorsque on en trouve, il s'agit presque toujours d'un feldspath acide, l'orthoclase, en fragments irréguliers à surfaces de clivage bien conservées, dans la plupart des cas altérés, troublé avec formation de muscovite secondaire et épidote. Rarement on rencontre le microcline et plus rarement encore les feldspaths calco-sodiques du type andésine ou oligoclase, ceux-ci ordinairement inaltérés.

Dans les grès susdits on trouve aussi des micas en quantité plutôt abondante: la muscovite est toujours le minéral le plus fréquent après le quartz: lorsqu'elle y est en forte quantité elle donne souvent une certaine schistosité à la roche. La biotite est rare; souvent on la rencontre à l'état de penninite qui est une variété de chlorite.

Les minéraux dont on a parlé représentent environ 98% des grains porphyriques distribués dans le ciment: le résidu est constitué par de l'hornblende du type basaltique, de la tourmaline bleue, de rares aiguilles d'apatite et des grains de zircon, minéraux accessoires qu'on observe en quelque gisement particulier. Quelques rares échantillons contiennent de la glauconie en petits grains, isolée au milieu du ciment ou dans la cavité de rares forammifères contenus dans la roche. Enfin on remarque aussi de petits fragments de quartzite.

L'étude de ces grès et particulièrement de leur ciment, qui, sans doute, a grande influence sur la résistance à la gelée de ces roches, a été faite avec la méthode proposée par Hirschwald au sein du Congrès de l'Association qui a eu lieu en 1912 à New-York.

Hirschwald, par ses études profondes et soignées, a eu surtout le mérite d'avoir démontré l'importance de l'examen microscopique lorsqu'on veut juger les roches au point de vue de leur résistance à la gelée. Sa méthode est toutefois susceptible de

¹⁾ Celles-ci et d'autres déterminations ont été faites avec le planimètre oculaire de Hirschwald.

simplification, ce qui du reste est admis par l'auteur même, et cela est d'autant plus nécessaire parce qu'il s'agit d'un laboratoire expérimental qui doit juger rapidement des matériaux qui intéressent des travaux importants en cours d'exécution; tel est le cas de l'Institut des Chemins de fer de l'Etat italien au sujet de la construction de la ligne rapide Bologne-Florence et des travaux de chemin de fer en général.

Nous verrons que les études accomplies, en relation aux preuves expérimentales, portent à la conclusion que la seule étude des sections minces faite en observant la nature minéralogique du ciment, suffit pour rejeter à priori des grès qui pourtant donnent une résistance unitaire suffisamment élevée.

Il est très intéressant de noter que, quoique la qualité du ciment ait une influence décisive sur les caractéristiques mécaniques de la roche, il n'en résulte pas, d'autre part, que les proportions du ciment aient une influence quelconque sur ces propriétés, de sorte que des grès ayant moins que 20% de ciment et des autres qui en ont plus que 60% se montrent également résistants à la gelée et donnent des coefficients de résistance à l'écrasement assez proches entre eux. Le ciment, qui est du type basalte de Hirschwald, dans la grande majorité des cas examinés est constitué par de la calcite plus ou moins troublée par des substances argileuses et oxydes de fer.

Cette calcite est cristallisée en grains allomorphes de dimensions uniformes lorsque les éléments sont grossiers tandis que dans les grès à ciment à petits éléments de calcite on observe souvent des zones à grains plus gros.

Une des caractéristiques des grès à ciment basalte calcaire est due à l'abondance du quartz qui peut y être contenu jusqu'à la proportion de 75% et au défaut partiel de muscovite dont la proportion n'atteint que 2,5%. Les grès à ciment basalte marneux, beaucoup moins fréquents, sont plus pauvres en quartz et plus riches en muscovites (jusqu'à 20%), ce qui donne souvent à la roche une apparence schisteuse. Ces grès représentent évidemment le produit de la sédimentation à une profondeur marine plus forte et ils ont tendance, pour ça, à passer aux schistes gréseux et à l'argile gréseux.

En rapport aux qualités techniques des deux groupes de grès, il faut remarquer que ceux à ciment basalte calcaire sont décidément supérieurs et que surtout ils se montrent, sans aucune exception, très résistants à la gelée (40 opérations).

Voici le résumé des données des expériences:

GRÈS À CIMENT BASALTE CALCAIRE

Provenance.	Résistance en kg/cm ² .						Géivité.
	Matériel sec.			Matériel imbibé			
	min.	max.	moyenne	min.	max.	moyenne	
Val Setta	938	1262	1100	517	1015	766	résistant à 40 gelées
Riola di Vergato	495	715	605	360	840	600	„ 40 „
Porretta	710	940	825	610	815	714.5	„ 40 „
Porretta	722	1090	960	541	639	588.5	„ 40 „
Sasso	530	760	645	395	515	455	„ 40 „
Marradi	—	—	1425			1560	„ 40 „
id.	—	—	1190	548	665	607.5	„ 40 „
id.	—	—	650	—	—	540	„ 40 „
Cava Casella	645	1130	897.5	570	880	725	„ 40 „
Oreglia	1090	1510	1300	695	1346	1020.5	„ 40 „
Castiglione dei Pepoli	415	580	497.5	325	627	476	„ 40 „
Bacino del Brasimone	1200	1345	1272.5	1195	1388	1291.5	„ 40 „
Madonna dei Boschi (Monghidoro)	498	745	621.5	469	655	562	„ 40 „
				Matériel sec.		Matériel imbibé.	
	Résistance moyenne			843 kg.p.cm ²		762.5 kg.cm ²	
	„ max.			1510 „		1388 „	
	„ min.			415 „		325 „	

GRÈS A CIMENT BASALTE MARNEUX

	Matériel sec			Matériel imbibé			Géivité.
	min.	max.	moyen	min.	max.	moyen	
Montovolo	245	845	545	355	407	381	gélive
P. te di Baragazza	712	767	738.5	540	803	671.5	„
Gambellato	700	774	737	402	788	604	„
Oreglia	805	922	863.5	586	695	640.5	„
Vernio	349	490	419.5	180	323	251.5	„
M. na del Bosco	763,2	1050	906.6	740	960	850	„
Castiglione dei Pepoli	430	570	500	280	525	402.5	„
Montepiano	740	1086	913	490	1110	800	„
				Matériel sec		Matériel imbibé.	
	Résistance moyenne			578		575	
	„ max.			1086		1110	
	„ min.			349		280	

Les grès à ciment marneux et argileux sont en général moins bons, néanmoins ils présentent quelquefois des résistances élevées à la compression, sans posséder toutefois la résistance prescrite à 40 alternations de gelée et dégel.

Cette infériorité vis-à-vis des grès à ciment calcaire peut s'expliquer par la propriété qu'ont les ciments marneux d'absorber une quantité d'eau beaucoup plus grande et en outre par le fait que les grès à ciment marneux sont, en général, plus riches en micas, ce qui leur donne une certaine schistosité à plans de moindre résistance.

Dans le but de contrôler les études microscopiques on a analysé trois grès typiques qui ont donné les résultats suivants, confirmant les conclusions tirées de l'examen des sections minces.

	I	II	III
Si O ₂	62,48	72,91	36,21
Al ₂ O ₃	19,13	6,07	7,21
Fe O	4,21	5,12	3,25
Mg O	0,12	0,75	0,30
Ca O	8,43	4,72	23,06
Na ₂ O	2,23	0,93	1,03
K ₂ O	1,15	1,17	0,72
C O ₂	6,49	3,34	17,63
H ₂ O à 100°	0,27	0,12	0,15
	99,51	101,13	100,21

I. Grès à ciment basalte marneux.

II. Grès à ciment basalte calcaire en quantité limitée.

III. Grès à ciment basalte calcaire abondant.

En résumé, les études accomplies permettent de formuler les conclusions suivantes:

I. Les grès des Apennins Tosco-Bolonais peuvent se différencier en trois groupes:

a. Grès à ciment basalte calcaire.

b. grès à ciment basalte marneux.

c. grès à muscovite partiellement schisteux.

II. La nature du ciment de ces grès a une sûre influence sur la résistance à la gelée de ces roches, tandis qu'il n'est pas possible de reconnaître une relation quelconque entre la quantité du ciment et les résistances à la compression.

III. Le critérium proposé par Tetmayer pour apprécier le degré de résistance des roches à la gelée fondé sur le rapport entre la résistance à l'écrasement du matériel imbibé et de celui non imbibé n'est pas applicable au type de grès étudiés.

IV. En pratique l'étude en section mince des grès de ce type permettra de rejeter ceux, dont la nature du ciment peut les faire considérer comme roches sûrement gélives.

L'ESSAI RAPIDE DE GÉLIVITÉ DES PIERRES ¹⁾

par

LE LABORATORIO DE INGENIEROS MILITARES DE MADRID

Au Congrès International des Méthodes d'essai des matériaux de Construction tenu a Paris en Juillet 1900, Monsieur J. Marvá, qui était alors Colonel du Génie, présenta une communication qui avait pour titre: *Sur quelques détails d'exécution des épreuves de gélivité des pierres.*

Dans ce travail, qui fut vivement discuté, après un résumé préliminaire sur les procédés d'essais de gélivité admis alors, et de nombreuses notices sur les procédés de dessèchement, d'imbibition et de congélation, l'auteur arrive aux conclusions suivantes, que nous resumons.

Dessèchement. Les pierres seront desséchées à l'étuve à 60° C. jusqu'à obtenir un poids fixe avec une tolérance de 0,1 gramme, ce qui se vérifie par deux pesées successives.

Imbibition. On retirera les cubes de l'étuve et on les introduira dans un récipient dans lequel se fera le vide jusqu'à ce que le manomètre marque une pression de 60 mm. de mercure. Ensuite on introduira de l'eau distillée jusqu'à immersion totale des pierres en conservant la pression de 60 millimètres pendant trente minutes au plus. Immédiatement après on rétablira la pression atmosphérique et on retirera ces pierres du récipient en les introduisant dans de l'eau distillée pendant le temps nécessaire pour que deux pesées faites avec six jours d'intervalle, n'accusent plus de 0,1 gramme d'augmentation.

Congélation. Les pierres seront introduites dans les chambres à air du réfrigérant, quand la température de celles-ci sera un peu moindre de 0° C, et la machine sera mise en marche jusqu'à ce que la température soit de —15° C. soutenant la chambre entre —15° C. et —10° C. pendant douze heures. Après ce laps de temps on retire les exemplaires du réfrigérant en les exposant a l'air durant une demi-heure et les submergeant ensuite dans de l'eau distillée a 15° C. les y laissant deux ou trois heures. Cette opération de congélation et dégel se fera vingt cinq fois.

Congélation abrégée. Les essais mentionnés étant très lents, il serait utile de les accélérer, et pour ceci, si on dispose d'une machine frigorifique, on n'aurait qu'à introduire les exemplaires saturés d'eau d'avance, ainsi que nous l'avons expliqué

¹⁾ Présenté au Congrès par M. le Commandant F. González.

plus haut, dans la dissolution saline incongelable circulant autour des chambres à air. Si les pierres résistent à deux immersions de quatre à six heures dans la *sau-mure* dont la température se maintient entre -10°C. y -15°C. , on peut affirmer qu'elles ne sont pas gélives. Avant de procéder à la 2^{ème} immersion il est indispensable de laver parfaitement l'exemplaire et de le tenir submergé pendant six jours dans un grand volume d'eau, pour que le sel absorbé se dissolve complètement.

Si la pierre ne résiste pas à cet essai, on n'omettra pas pour cela de la traiter par le procédé ordinaire.

Le problème de la résistance des pierres naturelles à l'intempérie avait été proposé au Congrès de Zurich en 1895, avec quelques autres, à l'examen de l'*Association Internationale d'essai des matériaux* qui désigna, pour cet étude, une Commission dans laquelle figuraient, entre autres, les spécialistes Hanisch, Gary, Hirschwald et Leduc. Ce dernier, chef de section au laboratoire du Conservatoire des Arts et Métiers de Paris, soumit le résultat de ses observations au V^{ème} Congrès de l'Association, tenu à Copenhague en 1909. Cette communication a pour titre: „Sur la détermination de la gélivité des pierres”.

L'auteur explique ses thèses ainsi: MM. Marvá et Mayer font constater dans leur communication sur la gélivité des pierres, qu'il n'existe pas d'accord sur les procédés de dessèchement, de saturation ni même sur la congélation et le dégel. Ayant le désir de venir en aide pour déduire les principes et établir une méthode d'essai nous avons soumis un fort nombre de pierres (trente et une espèces) qui furent reconnues dans la pratique comme pas gélives, peu gélives et gélives, à différents essais de gélivité en employant divers procédés d'immersion et de congélation.

Nous reproduisons les paroles de M. Marvá (qui ont été mal interprétées) parce qu'elles expriment exactement les imperfections du procédé alors en usage et qui existent encore en grande partie, démontrant, par conséquent, le chemin à suivre pour les éliminer. „Les règles citées (conférences de Munich, Dresde, Berlin et Paris) sont assez indéterminées. On ne dit pas quelle est la température la plus appropriée à une complète et rapide dessiccation des pierres. Les éprouvettes doivent être essayées à la gelée à l'état de saturation d'eau, mais on ne dit pas quel doit être le degré de saturation, les moyens de l'obtenir et les causes qui exercent de l'influence sur la quantité totale d'eau absorbée. On n'est pas encore fixé sur les moyens d'opérer la congélation et sur l'influence qu'ont sur les résultats les procédés de saturation d'eau, la durée des périodes de gel, le nombre de gelées, etc. Autant de questions importantes à résoudre pour porter aux essais de gélivité la précision si nécessaire à l'uniformité des résultats, alliée à la plus grande rapidité d'exécution possible. Si l'on suit indifféremment les méthodes exposées ci-dessus, sans fixer l'attention sur la valeur des détails d'exécution des épreuves, on risque d'arriver à des conclusions tout à fait contradictoires sur le degré de gélivité des pierres essayées”.

Dans sa communication, M. Leduc fait l'étude critique des essais de résistance aux gelées qui existaient en 1909, et il propose une méthode d'essai accélérée qu'il

recommande au Congrès pour la soumettre à l'examen d'investigateurs de différents pays. Le procédé recommandé est le suivant :

Les cubes de pierre de 7 centimètres de côté sont desséchés à 100° C. jusqu'à poids constant; les exemplaires sont placés ensuite dans de l'eau jusqu'à une hauteur de 2 centimètres. A mesure que l'eau monte par capillarité, on en ajoute chaque demi-heure, prenant soin de ne pas dépasser la ligne marquée par l'absorption. Quand les pierres sont complètement imprégnées on ajoute de l'eau jusqu'à les couvrir et on les pèse.

Dans le cas où l'absorption ne soit pas visible ou qu'elle se fasse trop lentement, on couvrira les éprouvettes d'eau huit heures après le commencement de l'imbibition. Une fois qu'on a pris le poids des pierres, on les remet dans l'eau tout à fait submergées et vingt quatre heures après on les met dans une dissolution de chlorure de calcium ayant une densité de 1,30 et une température de -15° C. On les y laisse quatre heures, les mettant ensuite autant de temps dans de l'eau distillée à +15° C. Au bout de ce temps on retire les pierres de l'eau annotant l'état dans lequel elles se trouvent.

De la comparaison des propositions de M. Marvá et de M. Leduc relatives à l'essai abrégé de „gélivité” on voit que la deuxième est une modification de la première, ce que M. Leduc reconnaît dans sa communication, page 6.

DIFFÉRENCES QUI EXISTENT ENTRE CES DEUX PROPOSITIONS D'ESSAIS ABRÉGÉS.

Dessication. M. Marvá propose la dessication à 60° C. et M. Leduc arrive à 100° C. pour obtenir un résultat plus rapide sans que le matériel se détériore, l'expérience ayant démontré que cette température n'a pas d'influence sur les pierres employées pour la construction.

Nous pouvons dire à ce sujet que la température de 60° C. proposée par M. Marvá, suffit, parce qu'avec l'étuve Fremy de grandes dimensions qu'il employa, il n'est guère facile de dépasser cette température, mais dans les travaux courants du Laboratoire du Génie on a toujours employé, et bien avant le Congrès de Copenhague, l'étuve Wiesnegg à 100° C., et seulement on a employé celle de Fremy, quand la quantité de pierres à essayer fut très considérable.

Absorption d'eau par dépression pneumatique. M. Marvá propose que la pierre soit portée, en la retirant de l'étuve, à la chambre de dépression, la soutenant à 60 millimètres de mercure pendant 30 minutes, laissant à continuation rentrer l'eau dans la chambre jusqu'à ce que la pierre soit submergée et soutenant le vide pendant 30 autres minutes. On retire alors de la cloche pneumatique le récipient contenant toujours l'échantillon submergé et on le laisse exposé à la pression atmosphérique jusqu'à ce que deux pesées successives, à un intervalle de 6 jours, n'accusent une augmentation de poids de plus de 0,1 gramme.

M. Leduc maintient aussi la pression de 60 mm. de mercure pendant une heure faisant arriver l'eau lentement au lieu de la laisser entrer tout d'un coup trente

minutes après le commencement de la dépression ; il n'emploie pas l'imbibition par le vide pour l'essai rapide, mais l'absorption graduelle de l'eau à la pression atmosphérique pendant huit heures, suivie de l'immersion totale maintenue 24 heures.

Congélation par immersion dans la saumure. M. Marvá recommande l'immersion de 4 à 6 heures à une température de -10° C. à -15° C., qu'on répétera si à la première, l'échantillon ne s'est pas fendu ou altéré sous une autre forme. Entre les deux immersions, on laissera l'exemplaire submergé dans un grand volume d'eau pour éliminer par dilution presque tout le sel contenu dans les pores.

M. Leduc propose une immersion de 4 heures à -15° C., sans répéter l'opération. Nous faisons remarquer qu'avec une machine frigorifique il n'est pas facile de conserver une température fixe de -15° C. Le Laboratoire du Génie a aujourd'hui un thermostat qui ouvre et ferme automatiquement le moteur, mais l'utilité pour ce cas-ci est très douteuse parce que les températures atmosphériques sont sujettes de continuelles variations.

II. PLAN D'OPÉRATIONS

La question des essais abrégés de gézivité ayant été suscitée au Congrès de Paris, à conséquence des études faites au Laboratoire du Génie de Madrid par son directeur, cet établissement est, comme on peut dire, obligé à dédier son attention à l'examen des propositions se référant au problème de la gézivité en général et spécialement à l'étude des modifications d'un procédé de ce laboratoire, entre lesquelles ressort celle de M. Leduc, par son autorité personnelle et par le prestige du laboratoire où il a fait son travail. Le Laboratoire du Génie a donc pris à coeur la tâche de vérifier l'efficacité des essais abrégés de „gézivité" comparée avec les épreuves ordinaires en faisant varier les différents facteurs qui peuvent influencer sur le résultat des essais, et spécialement sur deux d'entre eux : la quantité d'eau absorbée et la température de la dissolution du chlorure de calcium à 25° Baumé dans laquelle on plonge les exemplaires.

On fera varier ces deux facteurs en conditions de plus en plus sévères, jusqu'à obtenir que les pierres gézives avec le procédé ordinaire, le sont aussi avec le procédé abrégé.

Le Laboratoire du Génie a suivi dans les épreuves courantes des pierres, pendant ses trente ans d'existence, les méthodes généralement admises, sans d'autres modifications que celles qui lui furent suggérées par l'expérience. Nous allons examiner les différents points que cet essai comprend.

ESSAI NORMAL EMPLOYÉ AU LABORATOIRE DU GÉNIE

1er. — *Température la plus appropriée pour la rapide et complète dessiccation des pierres.* Celle de 100° C., pendant 24 heures est en tout cas suffisante, puisque, les pierres étant pesées au bout de ce temps et un autre jour après, la différence des poids est inférieure de 0,1 gramme.

2ème. — *Grade d'imbibition.* Celui qui s'obtient par l'immersion de 24 heures dans 2 cm. d'eau, et 28 jours d'immersion totale, à la pression atmosphérique; et aussi celui qui s'obtient avec la pression de 260 mm de mercure pendant 15 minutes, la pierre étant plongée dans l'eau, suivie d'une immersion totale à la pression atmosphérique pendant sept jours. La pression de 260 mm (prescrite par la Commission Française des Méthodes d'essai) employée comme l'on vient de dire, donne approximativement les mêmes chiffres d'imbibition que ceux obtenus par l'immersion de quatre semaines à la pression ordinaire. (Voir le tableau comparatif numero 1, dans lequel apparaissent les échantillons de 32 carrières distinctes traités par l'un et par l'autre procédé d'absorption). Lorsqu'on applique des pressions inférieures à 260 mm, la quantité d'eau absorbée augmente, devenant plus grande que celle obtenue par immersion prolongée à la pression atmosphérique. La communication du Colonel Marvá en présente plusieurs exemples, et des effets préjudiciables de cette plus forte absorption. Il est, par conséquent, indispensable, de ne pas faire un vide plus fort, parce qu'autrement il arriverait que beaucoup de pierres qui ne sont pas gélives dans la pratique, même en contenant toute l'eau qu'elles peuvent absorber par immersion prolongée à l'air libre, seraient gélives à l'essai.

3ème. — *Manière de produire la congélation.* Récemment le Laboratoire a installé un thermostate automatique qui permet d'obtenir des températures jusqu'à -30° C., mais il a travaillé pendant 29 ans avec une machine au chlorure de méthyle, avec laquelle l'on peut obtenir des températures de -23° C., qui est celle de l'ébullition de l'éther méthylchloridrique dont la formule est Cl CH_3 . En supposant une température ambiante de 20° C., on arrive à celle de -20° C. en 4 heures de travail.

Les chambres frigorifiques sont cylindriques de 11,5 cm de diamètre, et on y introduit les exemplaires à essayer, dans de petits plateaux superposés.

4ème. — *Durée des périodes de congélation et température appliquée.* On a adopté celle de 4 heures, proposée par la Commission déjà citée et elle est suffisante pour que les effets du froid se fassent sentir à l'intérieur de la pierre. Quant à la température, on a adopté celle comprise entre -15° C. et -10° C.; en France et en Suisse on emploie des températures 5° C. inférieures, ce qui se justifie parce que la température ambiante est plus basse, en général, qu'en Espagne.

5ème. — *Numéro des opérations de congélation.* Il n'y a pas de doute que pour se mettre dans des conditions vraiment naturelles, il sera nécessaire de répéter la congélation et le dégel, si non indéfiniment, au moins autant de fois qu'il est nécessaire pour équivaloir à l'action atmosphérique prolongée. Ce nombre a été fixé à 25 par presque tous les laboratoires. Il a été aussi adopté par nous.

6ème. — *Dégel.* On le pratique après chaque période de congélation en retirant les exemplaires de la chambre frigorifique et les mettant dans de l'eau distillée à une température entre 15° C. et 25° C., les y laissant jusqu'à la période suivante de congélation, c'est à dire, 20 heures, quand il s'agit d'une congélation par jour, et 8 heures si on en fait deux; dans l'un et dans l'autre cas le temps est suffisant pour le

dégel. Les exemplaires qui avant la 25^{ème} opération présentent de visibles altérations, sont retirés et classifiés comme gélifs.

7^{ème}. — *Observation et appréciation des résultats.* Après les opérations de congélation et de dégel, les pierres qui n'ont souffert de très visibles altérations sont desséchées de nouveau à 100° C. pendant 24 heures et pesées, afin de contrôler ce poids avec le primitif; ensuite on les remet dans l'eau à la température ambiante, et un ou plusieurs jours après on les essaie par écrasement. Cette dernière immersion sert à comparer la résistance des exemplaires soumis à l'essai de gélivité avec celle des autres qui ont été immergés quatre semaines. Si on faisait l'essai des exemplaires desséchés, on en trouverait pas mal dont la résistance serait supérieure à celle des exemplaires saturés d'eau et on pourrait croire que l'action du gel les aurait fortifiés. Dans les pierres holocristalines, et, en général, dans celles qui absorbent très peu d'eau cette précaution est superflue. Les pierres qui souffrent une perte considérable de poids ou une diminution importante de résistance, doivent être estimées comme *douteuses* de gélivité; „elles craignent les gelées” selon l'expression de M. Leduc; mais elles ne sont pas classifiées comme gélives à moins qu'elles ne présentent des altérations (dégradations, écailllements, fissures, etc.), très visibles à l'œil nu.

Les preuves normales de gélivité pratiquées ainsi que nous venons de le dire, sont considérées par quelques techniciens, entre autres M. Leduc, comme excessivement sévères; selon ce dernier, beaucoup de pierres réputées comme n'étant pas gélives par les constructeurs, ont été retirées de la chambre frigorifique avant d'avoir souffert les 25 congélations, et cela après une seule semaine d'immersion à la pression atmosphérique.

Nous devons faire remarquer cependant deux circonstances qui qualifient, selon l'expression anglaise, les résultats obtenus par M. Leduc; premièrement, la possibilité que le témoignage des constructeurs qui ont envoyé les échantillons ne soit pas tout à fait désintéressé; secondement, et comme point important, que les 31 espèces de pierres ayant été essayées par lui, sont presque sans exception, de petite densité apparente, d'une grande porosité absolue, (relation entre le volume des creux et le total), et d'une grande porosité relative (volume d'eau absorbée en rapport avec le total); la petite marge que laissent ces pierres pour l'expansion de l'eau lorsqu'elle se congèle, les rangent *à priori*, comme soupçonnées de gélivité (Voir le tableau no. 2).

L'expérience acquise pendant plusieurs années dans le laboratoire de M. Leduc confirme que les normes qu'il a adoptés ne sont pas excessivement sévères, pourvu que les pierres soient exposées à l'action des pluies de telle forme qu'elles puissent absorber l'eau en quantité représentant une valeur approximative à celle de la porosité absolue; mais, si on les emploie de manière à ce qu'elles ne reçoivent la pluie que d'un seul côté, ne pouvant alors absorber l'eau dans la proportion citée, on ne devra pas les rejeter, même si, par exemple, quelques exemplaires auraient dû être retirés de l'essai après avoir subi quinze ou vingt congélations. Les résultats que nous signalons plus loin, obtenus avec cent huit espèces de pierres procédant de toutes les régions de l'Espagne, justifient selon nous que les conditions de l'essai

normal ne sont pas excessivement sévères. Si, à côté des lettres et des numéros par lesquels nous désignons les carrières, figureraient leurs noms, on verrait invariablement que celles réputées comme non gélives par les constructeurs ne subissent aucune altération par l'essai normal, tandis que toutes celles considérées comme dangereuses ne résistent pas. Il y a d'autres espèces entre elles, moins connues, qui doivent être jugées suivant les résultats des essais, puisque la valeur de ceux-ci a été démontrée par les résultats obtenus avec des carrières très bien connues.

Nos expériences ont été limitées à la comparaison de l'essai normal avec le rapide, en forçant les conditions de sévérité du second si l'on a observé des anomalies; c'est à dire, en augmentant les quantités d'eau absorbée et en baissant la température, s'il est nécessaire, jusqu'à ce que toute pierre incapable de résister à l'essai lent ne résiste pas, non plus, à l'essai rapide; celui-ci n'aurait aucune valeur, si l'on n'arrive pas à ce résultat.

Le plan fut le suivant:

1ère. On demandera à *las Comandancias de Ingenieros* des différentes régions espagnoles six exemplaires de chacune des carrières les plus connues dans la région, tant de celles estimées comme bonnes, que de celles qualifiées comme gélives; ces exemplaires devront être des cubes de sept centimètres de côté.

2ème. Les exemplaires reçus seront marqués avec des numéros corrélatifs, destinant quatre échantillons aux essais, et réservant les deux autres pour quelque essai ultérieur possible.

3ème. Tous les exemplaires d'essai seront desséchés à 100° C., puis pesés et mis dans des récipients avec de l'eau distillée et soumis à une pression pneumatique équivalente à celle de 260 mm de mercure pendant 15 minutes.

4ème. Les exemplaires impairs seront introduits pendant 4 heures dans une dissolution de chlorure de calcium à 25° Baumé et —10° C. à —15° C. Ce temps écoulé on les retire de la saumure, les lavant rapidement à l'eau courante, les observant ensuite pour annoter les altérations subies. Ensuite ceux qui n'ont pas été altérés, seront placés dans un grand réservoir d'eau, pour qu'ils perdent par dilution le sel contenu dans leurs pores.

5ème. Les pierres marquées aux numéros pairs, seront soumises à l'essai normal de gélivité, tel que nous l'avons expliqué.

III. EXÉCUTION

Les *Comandancias de Ingenieros* auxquelles nous avons exprimé le désir de posséder des exemplaires des carrières dans les conditions spécifiées plus haut, nous ont promptement envoyé un nombre suffisant d'échantillons (voir tableau numero 3).

Le tableau numéro 4 donne les noms des villes ou des carrières d'où proviennent les échantillons.

Le tableau comprend 99 localités, (dont quelques-unes avec deux carrières) d'où proviennent les 108 espèces de pierres classifiées dans les grandes groupes suivantes:

Granitiques.
 Marbres de construction.
 Calcaires.
 Grès.
 Divers.

Le tableau numéro 4, sans être une collection complète, ni même très abondante des carrières espagnoles, présente une variété suffisante pour que son étude, au sujet de la gézivité, offre un réel intérêt aux constructeurs de notre pays.

Tous les exemplaires qui devaient être soumis à l'essai, ont été, ainsi que nous l'avons dit déjà, desséchés à 100° C. pendant 24 heures et pesés, avec les résultats dont on peut voir les moyennes dans le tableau numéro 5. Ce tableau contient également les moyennes d'eau absorbée en grammes, totales et en pourcent du poids. Nous devons avertir cependant que les cubes impairs désignés *a* à *j* ne sont restés dans l'eau que 24 heures, et pas en immersion totale, mais progressive, selon la norme de M. Leduc pour l'essai rapide; les faibles quantités d'eau absorbée nous ont fait comprendre, en conséquence des nombreuses données que sur ce point apporte la communication de M. Marvá, que l'immersion dans la saumure dans ces conditions serait inefficace et ne permettrait aucune déduction sur la résistance des pierres à la gelée. Il fut donc décidé de soumettre toutes les pierres, commençant par celles désignées par la lettre *K*, à la pression de 260 mm de mercure pendant 15 minutes et ensuite à la pression atmosphérique pendant 7 jours, et complètement submergées dans les deux cas. Les cubes *a* à *j* furent traités de la même façon, et tous furent pesés au bout de sept jours d'immersion.

Les pierres impaires furent introduites immédiatement après dans la dissolution de chlorure de calcium à 25° Baumé et —10° C. à —15° C. pendant 4 heures; les pierres impaires furent soumises à 25 opérations de congélation et de dégel selon les conditions décrites plus haut. Les résultats obtenus dans cette première série d'épreuves sont resumés ainsi:

Pierres non gézives par aucun procédé	69
Id. gézives par les deux procédés	24
Id. id. par le procédé normal et pas avec le rapide	7
Id. id. par le procédé rapide et pas avec le normal	8

Les tableaux numéros 6 et 7 font connaître l'espèce de pierre à laquelle se rapportent les chiffres antérieurs.

Il résulte de tout ceci que, si la pression se limite à 260 mm de mercure et la température à —15° C., il peut arriver que quelques pierres, gézives selon le procédé normal, c'est à dire *gézives en absolu*, ne le soient pas avec le procédé rapide, et alors la pratique de ce dernier ne conduirait à aucun résultat d'utilité, puisque étant favorable pour la pierre essayée, il ne nous permettrait pas de la qualifier comme non gézive.

Il était alors nécessaire d'essayer de nouveau les sept espèces de pierres qui avaient subi l'essai rapide sans altération, l'ayant eue avec l'essai lent, mais non répétant

simplement les opérations, mais forçant les conditions de température et de pression, ou, pour mieux dire, de dépression.

Les cubes impairs des 7 carrières citées dans le tableau numéro 7 furent mis pendant une semaine dans des réservoirs avec une grande quantité d'eau changée fréquemment afin qu'ils perdissent par dilution presque totalement le sel introduit dans leurs pores, pouvant ainsi subir un nouvel essai. Ces pierres en immersion furent soumises à une dépression équivalant à celle d'une colonne de 60 mm de mercure durant 15 minutes et à la pression atmosphérique pendant 7 jours, les introduisant, sitôt retirées de l'eau dans la dissolution du chlorure de calcium à la température de -20° C. où elles restèrent 4 heures. En les sortant on vit que toutes, excepté celles *a1* à *a3*, étaient divisées en deux ou plusieurs morceaux par l'action du gel.

On dirait, d'après cela, qu'une pierre, gélive selon le procédé lent, ne l'est pas avec le rapide, même quand on exagère la sévérité de l'épreuve, et que par conséquent, les garanties du procédé rapide ne sont pas absolues. Il n'en est pourtant pas ainsi.

En examinant les cinq exemplaires de la pierre *a* essayés, nous constatons que tous, excepté le numéro 2, étaient des pierres calcaires de grande densité; ces quatre exemplaires ne sont gélifs par aucun des procédés; en échange, le numéro 2 presque défait par l'essai lent, a l'aspect d'une pâte argileuse, exempte de *coqueras* et de constitution absolument différente aux quatre autres. On en déduit que la carrière d'où ils procèdent présente, comme il est fréquent, des couches gélives et non gélives et selon que les échantillons reçus soient des unes ou des autres, les résultats sont différents, d'où la nécessité d'essayer des échantillons de bancs différents, et spécialement de ceux qui, par leur aspect et leur petite densité, sont suspects de ne pas résister à l'action des gelées.

CONCLUSIONS

L'essai de résistance à la gelée fait avec des cubes de sept centimètres de côté, desséchés à 100° C. pendant vingt quatre heures; placés tout de suite dans des cuvettes avec de l'eau distillée; soumis pendant quinze minutes à une pression pneumatique qui équilibre celle d'une colonne de mercure de 60 mm de hauteur, et pendant sept jours à la pression atmosphérique, retirés à la fin de l'eau et introduits brusquement dans une solution de chlorure de calcium à 25° Baumé et -20° C., dans laquelle on les laisse pendant quatre heures, en les enlevant après et les lavant au jet d'eau, offre des garanties suffisantes pour affirmer la non-gélivité des pierres, si l'essai ne cause pas d'altérations sensibles, en forme de fissures, dégradations, pertes de poids ou diminution importante de résistance à l'écrasement.

Si les pierres ne résistent pas à l'essai rapide, elles seront essayées par le procédé normal.

Le Congrès est prié de déclarer l'utilité des essais rapides de gélivité, tels qu'ils sont décrits dans cette communication.

TABLEAU NUMÉRO 1.

Comparaison entre les quantités d'eau absorbée à la pression atmosphérique et à celle de 260 mm de mercure. (Chaque chiffre est la moyenne de 4 exemplaires).

Pierres	Poids spécifique	Porosité %.		Eau absorbée %		Qualification.
		Absolue ¹⁾	Relative ²⁾	En quatre semaines d'immersion naturelle	En 15 minutes à 260 mm et 7 jours d'immersion naturelle.	
1	2,88	21,5	16,5	7,30	5,40	Non gélive.
2	2,70	17,4	14,1	6,00	5,20	Gélive.
3	2,74	1,6	0,4	0,10	0,12	Non gélive.
4	2,70	5,9	3,7	1,45	1,13	Gélive.
5	2,64	14,7	11,5	5,30	4,50	Non gélive.
6	2,71	0,7	0,4	0,15	0,15	Idem.
7	2,64	18,5	14,3	6,70	7,10	Peu gélive.
8	2,76	13,4	6,8	2,83	3,90	Non gélive.
9	2,69	4,4	2,8	1,10	1,45	Idem.
10	2,70	18,8	13,3	6,00	5,80	Idem.
11	2,73	13,5	9,9	4,20	4,70	Peu gélive.
12	2,77	16,2	15,3	6,50	6,50	Idem.
13	2,77	28,5	21,0	10,50	10,45	Idem.
14	2,72	21,4	13,4	5,90	6,80	Non gélive.
15	2,68	8,2	7,9	3,21	2,38	Peu gélive.
16	2,71	2,6	1,6	0,61	0,63	Non gélive.
17	2,63	35,0	29,7	18,48	18,70	Gélive.
18	2,68	3,7	3,3	1,28	0,79	Non gélive.
19	2,65	21,9	19,3	9,34	8,66	Gélive.
20	2,68	16,0	12,0	5,35	5,75	Peu gélive.
21	2,73	38,1	32,1	18,90	19,10	Gélive.
22	2,70	33,0	22,2	12,28	14,35	Peu gélive.
23	2,70	1,5	1,2	0,47	0,22	Idem.
24	2,69	17,3	11,9	5,34	6,06	Idem.
25	2,70	18,0	15,1	6,87	7,45	Idem.
26	2,70	15,6	12,3	5,41	5,30	Idem.
27	2,69	15,9	11,9	5,28	4,54	Idem.
28	2,68	14,8	11,0	4,81	4,47	Idem.
29	2,69	27,5	17,4	8,94	8,08	Idem.
30	2,65	1,4	1,0	0,41	0,38	Idem.
31	2,65	17,7	16,4	7,52	7,10	Peu gélive.
32	2,71	29,5	23,0	12,10	14,00	Gélive.

Moyenne d'absorption dans 28 jours d'immersion 5,95
 Id. id. avec pression de 260 mm. de mercure 5,97

¹⁾ La porosité absolue est définie par l'expression $\frac{P-D}{P} \times 100$.

(P et D, poids spécifique et densité apparente).

²⁾ La porosité relative est définie par l'expression $\frac{V-C}{V} \times 100$.

(V et C, volume total de la pierre et de l'eau absorbée pendant 28 jours d'immersion naturelle).

TABLEAU NUMÉRO 2.

Caractères physiques des pierres essayées par M. E. Leduc.

Numéro d'ordre	Poids spécifique	Densité apparente	Porosité absolue % ¹⁾ .
1	2,68	2,43	9,1
2	—	2,29	—
3	2,66	2,16	18,7
4	2,68	2,13	20,6
5	2,69	2,04	23,9
6	2,69	2,06	23,3
7	2,50	2,26	9,5
8	2,69	2,25	16,5
9	2,68	1,75	34,5
10	2,67	1,61	39,8
11	2,68	1,71	35,8
12	2,70	1,80	33,2
13	2,69	1,90	29,2
14	2,67	2,14	19,5
15	2,68	1,76	34,5
16	2,68	2,23	16,8
17	2,69	2,40	11,0
18	2,70	2,08	22,7
19	2,70	2,00	25,9
20	2,69	1,73	35,3
21	2,70	1,75	35,2
22	2,70	1,70	36,7
23	2,70	1,61	40,2
24	2,67	1,67	37,6
25	2,67	1,62	39,1
26	2,70	1,58	41,4
27	2,68	1,60	40,4
28	2,67	1,68	37,2
29	2,67	1,62	39,2
30	2,68	1,63	39,2
31	2,68	1,50	43,9

¹⁾ On doit noter que les chiffres donnés par M. Leduc pour les porosités absolues sont seulement les différences entre les poids spécifiques et les densités apparentes; ces différences, P—D, ont été divisées par P et multipliées par 100 pour obtenir le pourcentage de porosité absolue.

TABLEAU NUMÉRO 3

Lieux où sont situées les carrières qui ont fourni les exemplaires

Région	Province	Numéro des carrières
Galicia	Coruña	3
	Pontevedra	3
Vascongadas	Guipúzcoa	8
	Alava	4
	Vizcaya	1
Cataluña	Gerona	2
	Lérida	4
	Tarragona	4
	Barcelona	4
Valencia	Alicante	5
	Murcia	1
Andalucía	Córdoba	2
	Almería	2
	Sevilla	4
	Cádiz	9
Castilla la Nueva	Madrid	4
	Guadalajara	3
	Toledo	1
Castilla la Vieja	Segovia	4
	Burgos	6
León	Valladolid	2
	Salamanca	3
Aragón	Huesca	4
Extremadura	Badajoz	1
Baleares	Baleares	6
Africa	Africa	10

TABLEAU NUMÉRO 4

Noms des carrières et localités où elles sont situées

Provinces	Noms
Coruña	{ Ulló. Matamá. Moeche.
Pontevedra	{ Albeiros. Tomeza. San Mauro
Guipuzcoa	{ Ulia. Guadalupe. Igueldo Amarilla. Idem azul. Albistur. San Sebastián. Motrico. Deva.
Alava	{ Puerto de Arlaban. Arboró-Atauri. (2 muestras) Fontecha.
Vizcaya	{ Yurre.
Gerona	{ Gerona. Figueras.
Lérida	{ Allés Floresta. Montblanch. Vinaxa.
Tarragona	{ Aigüeros. Vilaseca. Sibinosa. Llisós.

Provinces	Noms.
Barcelona	Montjuich, blancacho. Idem de Raix. Calafell. Manresa.
Alicante	Novelda. Alicante. Novelda. Villena. Bateig-Novelda.
Murcia	Azul.
Córdoba	Piedra franca del pais. Puente Genil.
Almería	Rodalquilar San José.
Sevilla	Luque, caliza. Posada. Luque, blanda. Estepa.
Cadiz	Puerto de Santa Maria. Playa de la Caleta. Colegial. Conejo. La Mujer. Caserio de Ossio. Los Guijos. Pelayo. Almoraima.
Madrid	Morata de Tajuña. Colmenar de Oreja. Guadalupe de la Sierra. Corpas.
Guadalajara	Giebes. Tamajón. Horche.

Provinces	Noms
Toledo	La Rosa.
Segovia	Otero de Herreros. Vegas de Matute. Bermuy de Porreros. Idem de id. encarnada.
Burgos	Miranda. Carcedo. (A) Carcedo. (B) Hurones. Ibeas, blanca. Hontoria.
Valladolid	Villanubla. Campaspero.
Salamanca	Ciudad-Rodrigo. Villavieja. Salamanca.
Huesca.	Rapitán. Santa Cruz. Del Pueyo. De la Sagüita.
Badajoz	Badajoz.
Balears	Santany. Porreras. Coll d'en Rabasa. Alcaufar. Villacarlos. Curnia.
Africa	Tejar de Ingenieros. Benzu. Puerto. Arroyo del Infierno. Arroyo de las Colmenas. Alcazaba. Mallorca. Loma de la Silla. Lazareto. Lazareto (asperón).

TABLEAU NUMÉRO 5

Quantités d'eau absorbée par les exemplaires essayés au commencement de la preuve de „gélivité”. (Les pierres *a* à *j* furent submergées 24 heures en immersion naturelle; toutes les autres furent soumises à la pression de 260 mm pendant 15 minutes et sept jours en immersion naturelle.

Exemplaires	Poids après des- siccation à 100°C. pendant 24 heures	Eau absorbée (g)	% d'eau rap- porté au poids	
a	{ impaires	914,10	9,12	0,99
	{ paires	899,55	20,28	2,24
b	{ impaires	814,02	41,70	5,13
	{ paires	838,02	38,87	4,66
c	{ impaires	816,76	28,73	5,51
	{ paires	868,33	23,79	2,70
d	{ impaires	818,64	21,77	2,67
	{ paires	845,05	5,79	0,68
e	{ impaires	605,35	35,36	5,34
	{ paires	613,27	17,92	2,92
f	{ impaires	524,85	117,01	22,29
	{ paires	523,54	87,74	16,75
g	{ impaires	558,79	116,39	20,82
	{ paires	553,41	92,56	17,61
h	{ impaires	548,47	110,04	20,05
	{ paires	547,52	98,53	17,99
i	{ impaires	864,82	26,80	3,15
	{ paires	868,85	23,54	2,70
j	{ impaires	825,90	33,44	4,05
	{ paires	822,10	27,41	3,33
k	{ impaires	805,46	35,44	4,39
	{ paires	836,32	29,66	3,54

Exemplaires	Poids après des- siccation à 100° C. pendant 24 heures	Eau absorbée (g)	% d'eau rap- porté au poids	
l	{ impaires	773,38	47,42	6,13
	{ paires	772,97	46,15	5,97
m	{ impaires	892,82	33,56	3,75
	{ paires	885,25	32,66	3,68
n	{ impaires	790,24	33,89	4,28
	{ paires	779,98	33,29	4,26
o	{ impaires	705,68	82,65	11,71
	{ paires	652,59	73,62	11,28
p	{ impaires	847,12	55,28	6,52
	{ paires	846,36	57,78	6,82
q	{ impaires	732,21	59,01	8,05
	{ paires	741,07	58,76	7,92
r	{ impaires	870,37	23,23	2,66
	{ paires	895,97	25,37	2,83
s	{ impaires	900,60	1,60	0,177
	{ paires	917,87	1,58	0,172
t	{ impaires	917,18	0,48	0,052
	{ paires	922,53	0,34	0,036
u	{ impaires	944,85	1,34	0,141
	{ paires	955,88	1,35	0,141
v	{ impaires	925,08	0,76	0,090
	{ paires	941,61	0,91	0,096
x	{ impaires	921,72	1,83	0,198
	{ paires	945,84	2,59	0,273
y	{ impaires	665,43	79,26	11,91
	{ paires	689,72	72,84	10,42

Exemplaires	Poids après des- siccation à 100° C. pendant 24 heures	Eau absorbée (g)	% d'eau rap- porté au poids	
z	{ impaires	714,46	49,76	6,96
	{ paires	654,60	58,52	8,93
w	{ impaires	705,23	48,22	6,84
	{ paires	808,76	29,91	3,69
I	{ impaires	669,00	89,56	13,38
	{ paires	657,06	112,22	17,07
II	{ impaires	827,51	32,05	3,87
	{ paires	829,30	30,12	3,63
III	{ impaires	1005,71	4,95	0,492
	{ paires	1006,05	4,97	0,494
IV	{ impaires	711,22	93,52	13,14
	{ paires	713,87	94,18	13,19
V	{ impaires	636,49	103,21	16,21
	{ paires	654,93	103,10	15,74
VI	{ impaires	777,48	58,42	7,51
	{ paires	782,28	56,89	7,27
VII	{ impaires	853,05	31,78	3,72
	{ paires	855,79	31,68	3,70
VIII	{ impaires	959,26	1,30	0,135
	{ paires	948,36	1,30	0,137
IX	{ impaires	785,16	48,72	6,20
	{ paires	761,88	53,64	7,04
X	{ impaires	779,24	51,58	6,61
	{ paires	773,97	54,10	6,98
XI	{ impaires	628,72	94,18	14,97
	{ paires	714,65	70,51	9,86

Exemplaires	Poids après des- siccation à 100° C. pendant 24 heures	Eau absorbée (g)	% d'eau rap- porté au poids	
XII {	impaires	684,24	76,35	11,15
	paires	642,59	74,87	11,65
XIII {	impaires	873,94	13,44	1,53
	paires	872,04	13,88	1,58
XIV {	impaires	840,55	18,44	2,19
	paires	832,17	19,75	2,37
XV {	impaires	895,95	1,52	0,169
	paires	913,18	1,60	0,175
XVI {	impaires	778,75	30,63	3,93
	paires	790,84	31,19	3,94
XVII {	impaires	882,05	11,89	1,34
	paires	859,34	13,29	1,54
XVIII {	impaires	987,23	1,25	0,126
	paires	963,85	1,30	0,134
XIX {	impaires	815,43	40,31	4,94
	paires	821,01	34,94	4,25
XX {	impaires	798,24	45,13	5,65
	paires	757,70	45,15	5,96
XXI {	impaires	941,61	2,52	0,267
	paires	934,67	2,07	0,221
XXII {	impaires	938,03	2,22	0,236
	paires	966,51	1,93	0,199
XXIII {	impaires	555,43	122,13	21,98
	paires	551,04	120,84	21,92
XXIV {	impaires	896,91	14,66	1,63
	paires	901,66	13,82	1,53

Exemplaires	Poids après des- siccation à 100° C. pendant 24 heures	Eau absorbée (g)	% d'eau rap- porté au poids	
XXV {	impaires	903,27	2,56	0,283
	paires	943,83	2,81	0,297
XXVI {	impaires	758,36	63,00	8,30
	paires	771,48	66,02	8,55
XXVII {	impaires	800,12	46,98	5,87
	paires	801,61	50,00	6,23
XXVIII {	impaires	585,52	116,59	19,91
	paires	594,88	121,86	20,48
XXIX {	impaires	898,45	25,33	2,81
	paires	890,35	25,84	2,90
XXX {	impaires	783,16	60,09	7,67
	paires	807,92	57,05	7,06
XXXI {	impaires	928,82	9,03	0,97
	paires	934,29	4,88	0,52
XXXII {	impaires	897,31	13,47	1,50
	paires	897,28	12,30	1,37
XXXIII {	impaires	954,60	1,89	0,19
	paires	990,12	1,48	0,14
XXXIV {	impaires	941,77	1,05	0,11
	paires	933,01	1,05	0,11
XXXV {	impaires	883,70	1,87	0,18
	paires	923,83	2,25	0,24
XXXVI {	impaires	836,88	21,73	2,59
	paires	859,16	15,82	1,84
XXXVII {	impaires	792,64	64,00	8,07
	paires	792,11	53,53	6,75

Exemplaires	Poids après des- siccation à 100° C. pendant 24 heures	Eau absorbée (g)	% d'eau rap- porté au poids	
XXXVIII	{ impaires	873,26	11,91	1,36
	{ paires	886,14	10,24	1,15
XXXIX	{ impaires	848,50	20,15	2,37
	{ paires	861,08	19,49	2,26
XL	{ impaires	896,60	12,59	1,40
	{ paires	889,31	13,48	1,51
XLI	{ impaires	830,22	14,85	1,78
	{ paires	876,57	13,74	1,55
XLII	{ impaires	734,54	53,07	7,22
	{ paires	733,79	66,16	9,01
XLIII	{ impaires	861,56	4,88	0,56
	{ paires	840,45	4,25	0,50
XLIV	{ impaires	855,91	89,17	10,41
	{ paires	845,61	91,16	10,78
XLV	{ impaires	883,48	34,74	3,93
	{ paires	870,47	38,22	4,39
XLVI	{ impaires	787,50	33,35	4,23
	{ paires	749,87	37,37	4,98
XLVII	{ impaires	565,66	112,47	19,88
	{ paires	564,64	109,20	19,33
XLVIII	{ impaires	553,29	126,05	22,78
	{ paires	530,80	133,59	25,16
XLIX	{ impaires	510,47	122,85	24,06
	{ paires	537,96	122,96	23,41
L	{ impaires	908,03	7,88	0,86
	{ paires	973,92	5,48	0,56

Exemplaires	Poids après des- siccation à 100 °C. pendant 24 heures	Eau absorbée (g)	% d'eau rap- porté au poids	
LI	{ impaires	943,27	1,88	0,19
	{ paires	955,25	2,36	0,24
LII	{ impaires	848,13	33,12	3,90
	{ paires	821,94	32,92	4,00
LIII	{ impaires	821,43	29,78	3,62
	{ paires	847,25	28,96	3,41
LIV	{ impaires	607,31	101,45	16,70
	{ paires	665,04	110,58	16,62
LV	{ impaires	620,65	90,83	14,63
	{ paires	606,00	87,27	14,40
LVI	{ impaires	556,99	67,79	12,17
	{ paires	563,49	68,59	12,17
LVII	{ impaires	384,55	59,18	15,38
	{ paires	393,47	53,48	13,59
LVIII	{ impaires	598,78	61,45	10,26
	{ paires	522,92	51,87	9,91
LIX	{ impaires	571,02	102,16	17,89
	{ paires	561,75	103,05	18,02
LX	{ impaires	620,60	96,73	15,58
	{ paires	642,23	91,14	14,19
LXI	{ impaires	588,87	102,49	17,40
	{ paires	610,03	104,69	17,16
LXII	{ impaires	611,56	46,27	7,56
	{ paires	623,32	49,57	7,95
LXIII	{ impaires	894,39	19,96	3,22
	{ paires	847,07	27,33	2,23

Exemplaires	Poids après des- siccation à 100 ° C. pendant 24 heures	Eau absorbée (g)	% d'eau rap- porté au poids
LXIV {	impaires 914,58	16,34	1,78
{	paires 890,86	22,65	2,54
LXV {	impaires 551,53	140,00	25,38
{	paires 550,62	136,31	24,75
LXVI {	impaires 804,91	47,94	5,95
{	paires 804,28	45,12	5,60
LXVII {	impaires 814,91	46,80	5,74
{	paires 766,63	59,71	7,78
LXVIII {	impaires 755,80	52,74	6,97
{	paires 780,51	52,87	6,77
LXIX {	impaires 812,18	37,05	4,56
{	paires 786,77	37,17	4,72
LXX {	impaires 808,33	35,19	4,35
{	paires 805,75	35,39	4,39
LXXI {	impaires 931,41	5,56	0,596
{	paires 899,22	7,16	0,796
LXXII {	impaires 933,33	8,05	0,862
{	paires 940,31	4,66	0,495
LXXIII {	impaires 895,27	15,74	1,75
{	paires 884,29	16,83	1,90
LXXIV {	impaires 930,03	1,81	0,194
{	paires 953,74	1,18	0,123
LXXV {	impaires 963,85	2,24	0,232
{	paires 931,95	3,47	0,372
LXXVI {	impaires 904,98	14,89	1,64
{	paires 839,36	27,39	3,26

Exemplaires	Poids après des- siccation à 100° C. pendant 24 heures	Eau absorbée (g)	% d'eau rap- porté au poids
LXXVII {			
impaires	952,17	0,97	0,101
paires	937,33	7,20	9,7681
LXXVIII {			
impaires	925,56	1,98	0,2139
paires	911,33	3,01	0,33
LXXIX {			
impaires	835,68	13,30	1,59
paires	831,84	16,24	1,95
LXXX {			
impaires	909,46	1,54	0,169
paires	901,95	1,77	0,196
LXXXI {			
impaires	936,09	1,26	0,134
paires	932,48	1,11	0,119
LXXXII {			
impaires	801,33	27,30	3,406
paires	834,55	27,43	3,286

TABLEAU NUMÉRO 6

Exemplaires reçus pour les essais et qualification selon les résultats obtenus.

Numéro d'exemplaires		Nature	Marque	Qualification selon les résultats		
Reçus	Essayés			A l'essai normal	A l'essai rapide avec 260 mm et —10 à —15° C.	A l'essai rapide avec 60 mm et —15° C. à —20° C.
5	4	Calcaire	a	Gélive.	Non gélive.	Non gélive.
5	4	Idem	b	id.	Gélive.	
5	4	Idem	c	Non gélive.	Non gélive.	
5	4	Idem	d	id.	id.	
5	4	Grès	e	id.	id.	
5	4	Idem	f	id.	Gélive.	
5	4	Idem	g	id.	id.	
5	4	Idem	h	id.	id.	
5	4	Calcaire	i	id.	Non gélive.	
5	4	Grès	j	id.	id.	
5	4	Calcaire	k	id.	Gélive.	
5	4	Idem	l	id.	Non gélive.	
5	4	Grès	m	id.	id.	
5	4	Calcaire	n	id.	id.	
5	4	Grès	o	id.	Gélive.	
5	4	Idem	p	id.	Non gélive.	
5	4	Idem	q	id.	Peu gélive.	
5	4	Idem	r	id.	Non gélive.	
5	4	Calcaire	s	id.	id.	
5	4	Calcaire marmorée.	t	id.	id.	
5	4	Idem	u	id.	id.	
5	4	Marbre	v	id.	id. U	
5	4	Idem	x	id.	id.	
5	4	Calcaire	y	Gélive.	Gélive.	
5	4	Grès	z	id.	id.	
5	4	Idem	w	Non gélive.	Non gélive.	
5	4	Idem	I	Gélive.	Gélive.	
5	4	Calcaire	II	Non gélive.	Non gélive.	
8	6	Idem	III	id.	id.	
5	4	Idem	IV	Gélive.	Gélive.	
5	4	Idem	V	id.	id.	
5	4	Idem	VI	Non gélive.	Peu gélive.	
5	4	Idem	VII	Gélive.	Gélive.	

Numéro d'exemplaires		Nature	Marque	Qualification selon les résultats		
Reçus	Essayés			A l'essai normal	A l'essai rapide avec 260 mm et -10 à -15° C.	A l'essai rapide avec 60 mm et -15° C. à -20° C.
8	6	Marbre	VIII	Non gélive.	Non gélive.	Gélive.
8	7	Grès	IX	Peu gélive.	Non gélive.	
8	6	Idem	X	Non gélive.	Non gélive.	
5	4	Calcaire	XI	id.	Peu gélive.	
5	4	Grès	XII	Peu gélive.	id.	
8	6	Granit	XIII	Non gélive.	Non gélive.	
8	6	Idem	XIV	id.	id.	
8	6	Calcaire	XV	id.	id.	
8	6	Grès	XVI	Gélive.	Gélive.	
8	6	Calcaire	XVII	Non gélive.	Non gélive.	
8	6	Idem	XVIII	id.	id.	
7	6	Grès	XIX	id.	id.	
8	6	Idem	XX	Peu gélive.	Gélive.	
8	6	Calcaire	XXI	Non gélive.	Non gélive.	
8	6	Idem	XXII	id.	id.	
8	6	Grès	XXIII	Gélive.	Gélive.	
8	6	Calcaire	XXIV	Non gélive.	Non gélive.	
8	6	Idem	XXV	id.	id.	
8	6	Grès	XXVI	Peu gélive.	Gélive.	
8	6	Idem	XXVII	Non gélive.	Non gélive.	
8	6	Idem	XXVIII	Gélive.	Gélive.	
8	6	Idem	XXIX	id.	id.	
8	6	Idem	XXX	Peu gélive.	id.	
8	6	Idem	XXXI	Non gélive.	Non gélive.	
8	6	Idem	XXXII	id.	id.	
8	6	Marbre	XXXIII	id.	id.	
8	6	Calcaire	XXXIV	id.	id.	
8	6	Idem	XXXV	id.	id.	
8	6	Grès	XXXVI	id.	id.	
8	6	Calcaire	XXXVII	id.	id.	
8	6	Granit	XXXVIII	id.	id.	
6	5	Idem	XXXIX	id.	id.	
7	6	Idem	XL	id.	id.	
9	7	Idem	XLI	id.	id.	
8	7	Congloméré	XLII	id.	id.	
9	6	Granit	XLIII	id.	id.	
5	4	Grès	XLIV	Peu gélive.	Gélive.	

Numéro d'exemplaires		Nature	Marque	Qualification selon les résultats		
Reçus	Essays			A l'essai normal	A l'essai rapide avec 260 mm et -10 à -15 °C.	A l'essai rapide avec 60 mm et -15 °C à -20 °C.
5	4	Calcaire	XLV	Gélive.	id.	
8	6	Congloméré	XLVI	Non gélive.	Non gélive.	
12	6	Calcaire	XLVII	Gélive.	Gélive.	
12	6	Grès	XLVIII	Peu gélive.	id.	
12	6	Idem	XLIX	Gélive.	id.	
8	6	Calcaire	L	Non gélive.	Non gélive.	
8	6	Idem	LI	id.	id.	
5	4	Idem	LII	id.	id.	
5	4	Idem	LIII	id.	id.	
5	4	Grès	LIV	Gélive.	Gélive.	
4	3	Idem	LV	id.	id.	
5	4	Idem	LVI	Non gélive.	Non gélive.	
6	5	Idem	LVII	Gélive.	Gélive.	
8	6	Congloméré	XVIII	Non gélive.	Non gélive.	
8	7	Grès	LIX	Gélive.	Non gélive.	Gélive.
8	7	Idem	LX	id.	id.	id.
8	6	Idem	LXI	Non gélive.	Non gélive.	
16	8	Congloméré	LXII	id.	id.	
8	6	Calcaire	LXIII	Gélive.	id.	id.
8	6	Idem	LXIV	Non gélive.	id.	
8	6	Idem	LXV	Gélive.	id.	id.
8	6	Idem	LXVII	Non gélive.	id.	
8	6	Idem	LXVII	Gélive.	id.	id.
7	6	Idem	LXVIII	id.	Gélive.	
6	4	Idem	LXIX	Non gélive.	Non gélive.	
6	4	Idem	LXX	id.	id.	
7	6	Idem	LXXI	id.	id.	
8	6	Calcaire	LXXII	Non gélive.	Non gélive.	
8	6	Ardoise	LXXIII	id.	id.	
8	6	Calcaire marmorée.	LXXIV	id.	id.	
8	6	Granit	LXXV	id.	id.	
8	6	Calcaire	LXXVI	id.	id.	
8	6	Marbre	LXXVII	id.	id.	
8	6	Calcaire	LXXVIII	id.	id.	
8	6	Idem	LXXIX	id.	id.	
8	6	Idem	LXXX	id.	id.	
8	6	Idem	LXXXI	id.	id.	
8	6	Grès	LXXXII	id.	id.	

TABLEAU NUMÉRO 7

Résultats obtenus avec l'essai rapide à la pression de 60 mm de mercure et température de -15° C. à -20° C. (Ces exemplaires sont gélifs par le procédé normal, et non par le rapide à 260 mm et -10° C. à -15° C.)

Exemplaires	Eau absorbée		Résultats obtenus
	Avec 260 mm	Avec 60 mm	
a. Impaires	9,12	10,17	Pas d'altération.
IX. id.	48,72	50,67	Une pierre avec grande crevasse et une autre avec défaut.
LIX. id.	102,16	106,05	Deux pierres avec défaut.
LX. id.	96,73	102,25	Trois id. id. id.
LXIII. id.	19,96	21,58	Une id. id. id.
LXV. id.	140,00	144,45	Trois id. id.
LXVIII. id.	48,80	50,56	Deux id. id.

DISCUSSION

Dr. Ing. MADDALENA, Rome

demande une explication à M. González concernant les résultats de la méthode rapide en rapport avec la composition minéralogique des roches examinées, révélée par les sections minées.

Les roches, pour lesquelles la gélivité est plus redoutable, ce sont les grès, dont la variabilité, à ce point de vue, est bien connue; pour les autres pierres (granit, porphyre, calcaire) les variations sont aussi fréquentes. Pour les grès il a été démontré que la gélivité est en rapport direct avec la nature du ciment, et non avec la porosité. On pourrait donc douter de l'applicabilité de la méthode rapide aux grès et en tout cas on devrait la faire précéder d'une étude pétrographique, qui permettra d'exclure un certain nombre de pierres, et d'un examen microscopique d'une section minée, dont la préparation ne demande qu'un travail de 3—4 heures.

Le Commandant GONZÁLEZ

répond, que le laboratoire n'a pas fait pour cette étude de gélivité, l'étude pétrographique avec des lames minces, et qu'il sera sans doute intéressant de la faire; et que, ce qui se déroule des expériences c'est, que n'importe quelle espèce de pierre se comporte également à la gelée avec le procédé normal, qu'avec le procédé rapide. Il serait très intéressant de faire cette étude.

A l'observation de M. Maddalena sur l'homogénéité des pierres d'une carrière calcaire, doit s'opposer son expérience personnelle, qui lui permet d'affirmer, que les choses ne se passent pas toujours ainsi, et qu'il connaît des carrières calcaires, qui ont des bancs gélifs, et d'autres, qui n'en ont pas.

Prof. H. RABOZÉE, Bruxelles

A l'observation, faite par M. Maddalena relative à la constance des propriétés de la pierre dans une même carrière, lorsqu'il s'agit des calcaires, je crois devoir opposer ce qui suit :

En Belgique cette constance de propriétés est loin d'être réalisée. Le calcaire dit „petit granit”, par exemple, est de qualité à peu près constante ; les parties de qualité inférieure sont facilement reconnues par l'homme de métier.

Mais pour certains autres niveaux du calcaire carbonifère, et pour les calcaires dévoniens, les propriétés de la pierre varient parfois énormément d'un banc à l'autre dans une même carrière. Certains bancs donnent des pierres d'excellente qualité, tandis que les bancs voisins sont très gélifs, les caractères extérieurs ne permettant pas, le plus souvent, de les distinguer sûrement. En ce qui concerne les deux procédés d'investigation, essai direct de gélivité, examen microscopique et chimique, on peut dire qu'ils se complètent. Le premier est évidemment le plus démonstratif, le second peut indiquer les caractères, révélant la probabilité de gélivité ou de non-gélivité, et de plus en fournir la raison, ce qui est un enseignement très précieux.

L'INFLUENCE DE LA COMPOSITION DU MORTIER ET DE LA QUALITÉ DES PIERRES SUR LA RÉSISTANCE DE LA MAÇONNERIE AUX INTEMPÉRIES

par

PROF. J. A. VAN DER KLOES
Delft (Hollande)

Pour faire suite aux communications de M. Joosting au congrès de 1912 à New-York au sujet de l'influence des mortiers mal composés sur la maçonnerie, je puis d'abord signaler ici la continuation de nos études sur l'augmentation de volume pendant la cristallisation et sur la pression osmotique comme causes de l'écaillage de la maçonnerie.

La possibilité d'augmentation de volume dans la cristallisation des sels, supposé depuis longtemps par moi et contredite alors énergiquement en parole et par écrit par M. le professeur Hirschwald à Berlin, a été démontrée par M. van der Wallen pour le sulfate de soude, sel qui se présente le plus dans l'efflorescence de mur, par les épreuves suivantes :

On emplit prudemment un petit récipient-mesure au goulot étroit d'une contenance de 100 à 250 cM³, d'une solution saturée de sulfate de soude (sel glauber) et préférablement d'une température de 33°C., en prenant soin qu'après refroidissement jusqu'à température de chambre, mais avant le commencement de la cristallisation, le récipient soit rempli juste jusqu'à la base du goulot; on observera, que le liquide commence à s'élever dans celui-ci. Cette élévation est en proportion avec le degré de saturation de la solution et avec la température finale. Après divers essais M. van der Wallen a conclu, que l'augmentation de volume est de 0,7 à 0,9%, ce qui suffit à expliquer l'effet destructeur du sel sur la maçonnerie. (l'augmentation de 0,25 % de la pâte de Paris suffit à saupoudrer un verre de lampe).

En mesure de contrôle l'on peut réchauffer alors le récipient dans un bain d'eau jusqu'à 33°C.; alors on voit les cristaux fondre, le niveau du liquide s'abaisser et remonter au niveau précédent après recristallisation.

Donc le phénomène est le même, qui se produit dans le gel et le dégel de l'eau, avec cette différence, que l'augmentation n'est à peu près que $\frac{1}{10}$ de celle, qui se montre à la transition d'eau de 0° en glace de la même température.

Quant à la pression osmotique M. Joosting a fait une découverte remarquable.

En frappant sur la maçonnerie, afin d'en examiner la cohésion au son, son attention avait été attirée par le fait, que l'aspect de la brique se changeait encore pendant les premiers moments, suivant le coup au point où celui-ci était tombé et dans le voisinage immédiat.

D'abord M. Joosting ne s'en était pas rendu compte, mais en 1923 en martelant la maçonnerie d'un pont de chemin de fer en réparation, il vit le phénomène à un tel degré, qu'il fut bien forcé d'y mettre plus d'attention.

Il voyait alors, que le changement de l'aspect résultait de la délivrance et de la sortie subite d'un liquide. La quantité de celui-ci n'était pas grande, mais néanmoins suffisante à former une tache, qui s'agrandit pendant plusieurs minutes, et ayant atteint le bord de la brique elle s'étendait même par le joint de mortier fort de ciment jusque dans la brique adjacente. C'était par une journée très chaude d'une période de grande sécheresse. Cinq semaines après toutes les taches étaient encore présentes malgré la sécheresse et la chaleur continues, et on a pu constater même le phénomène à plusieurs autres endroits de la même maçonnerie.

Fig. 1 montre un morceau de maçonnerie duquel deux briques recevaient un coup de marteau sur un mandrin obtus. Les taches s'en montrent dans fig. 2, dont la photographie a été prise 6 minutes après le coup, comme des marques blanches, qui cependant en réalité avaient une couleur légèrement rose et se marquaient clairement sur la surface gris-brune de la brique. Auprès de la tache droite un peu de poudre de brique rose s'est détachée en restant suspendue à la brique. Les taches humides sont clairement visibles dans fig. 2.

En causant la tache droite il se formait une raie humide horizontale sous le joint, qui dans 6 minutes s'étendait dans la panneresse de dessous, et indiquait une crevasse d'où il sortait de l'eau.

Sur la panneresse de dessous, accidentellement un léger coup de mandrin était arrivé; aussi là il se formait une tache humide, plus petite que les autres, conformément au coup plus léger.

Fig. 3 montre la situation 12 minutes après que les coups étaient tombés. Comme on voit les taches humides se sont étendues considérablement.

Quelquefois immédiatement après le coup il apparaissait quelques petites lignes foncées, formant une étoile autour du point, où le coup était tombé; ces petites lignes s'élargissaient peu à peu et devenaient des crevasses, par lesquelles le liquide s'échappait. En deux endroits dans la proximité d'un lieu, où des croûtes de carbonate de chaux s'étaient formées à la surface de la brique, le liquide après le coup sortait en gouttes, et après quelques minutes s'écoulait même en bas le long de la maçonnerie.

Plus tard une égratignure de pointe de ciseaux de moins d'un millimètre de profondeur paraissait avoir quelquefois le même effet qu'un coup de marteau. Au bout de quelques minutes des bords humides se dessinaient le long de la rayure. Une fois aussi le liquide sortait en gouttes.

La cause du phénomène est très probablement une collection, une couche de cellules osmotiques, remplie d'eau saturée de chaux se trouvant dans une telle ten-



FIG. 1



FIG. 2

sion, que le choc d'un coup de marteau et même une égratignure de la pointe de ciseaux suffisait pour donner libre cours au liquide.

Fig. 4 a rapport à un cas très remarquable, arrivé dans le hangar d'extinction de chaux de coquilles de M. van der Wallen à Brielle pourvu d'une couverture de tuiles. Ces tuiles se trouvaient tranquillement et apparemment intactes à leur place, sans avoir jamais laissé passer l'eau, quand une circonstance accidentelle faisait observer qu'elles étaient pour la plupart percées comme un panier, de sorte qu'elles tombaient en écailles, quand on les prit à la main. C'est que les fermes en fer par les mêmes causes étaient tellement rongées, que la situation était dangereuse et exigeait une réparation urgente.

Des phénomènes et des forces divers ont exercé ici à tour de rôle ou simultanément

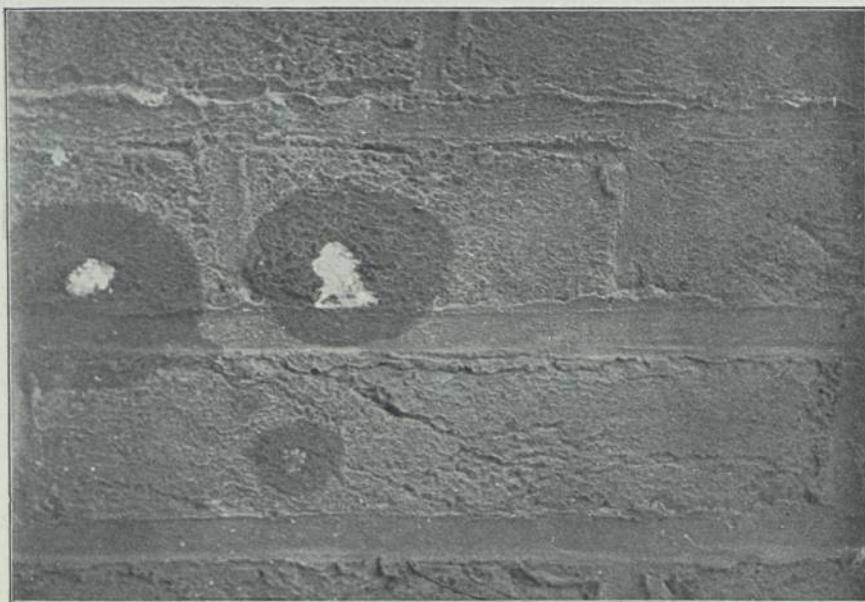


FIG. 3

ment leur influence: poudre de chaux, chaleur et froideur, sécheresse et humidité, se sont alternés et ont collaboré pour décomposer en un quart de siècle la terre bien cuite, le matériel le plus résistant du monde aux intempéries.

L'extinction de chaux en gros donne beaucoup de poussière fine (chaux vive et hydrate de chaux), qui se dépose et s'attache partout, et de vapeur, qui s'élève et se dépose en buée sur les surfaces froides qu'elle rencontre. Ainsi par exemple sur le dessous des tuiles, quand celles-ci pendant le temps froid ont la température de l'air extérieur. L'eau déposée dissout une partie de la poudre fine attachée aux tuiles et est absorbée par elles comme eau calcaire; celle-ci attire l'acide carbonique de l'atmosphère, se dessèche sous l'influence de la chaleur solaire et se pétrifie en car-

bonate de chaux. Une nouvelle arrivée d'eau calcaire cause au dedans du dessous des tuiles la formation de cellules remplies d'eau calcaire avec des parois semi-perméables de carbonate de chaux.

Quand alors l'eau de pluie entre d'en haut nous avons toutes les données pour la pression osmotique: l'eau de pluie entre dans la cellule par le paroi semi-perméable, l'eau calcaire ne peut pas sortir, de là une pression au dedans de la cellule, son paroi se crève et une petite écaille se détache du dessous de la tuile. Ce procès répété à l'infini a détruit toute la cohérence de la tuile. Voilà une image frappante de petites causes ayant de grands effets; ces petites causes en quelques dizaines d'années peuvent faire des tours et des églises un danger pour la sûreté pu-

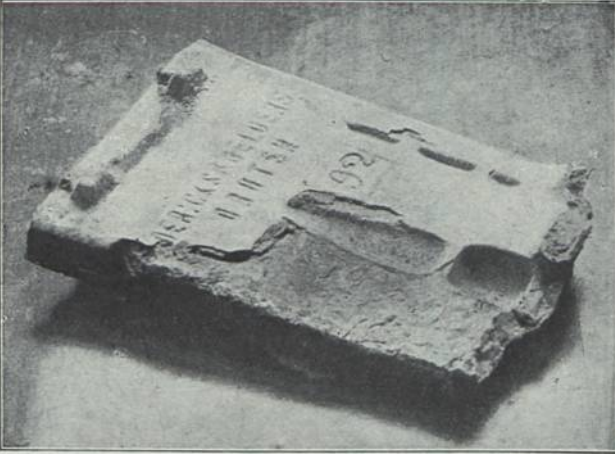


FIG. 4

blique, et peuvent aussi, à la longue, faire tomber en ruines les murs les plus épais, comme je l'ai illustré par de nombreux exemples dans mes écrits. Ce qui rend si évident ce que je viens de décrire, c'est que nous n'avons à faire ici qu'à de la poudre de chaux et à de l'eau, sans qu'il soit question d'aucune mauvaise composition ou préparation de mortiers.

Il est certain, que la surabondance de chaux dans les mortiers de trass et de ciment est une cause très active de l'écaillage de la maçonnerie. Donc il faut prendre soin de fixer la chaux par une sur mesure de pouzzolane.

Chimiquement on a démontré qu'à 1 partie de mesure de ciment-portland il faut $\frac{1}{2}$ partie de mesure de trass. Cependant à nombre de travaux il est évident, que cette teneur de trass non seulement ne soit suffisante mais qu'il est bien probable, qu'une très minime teneur de trass favorise l'efflorescence, au

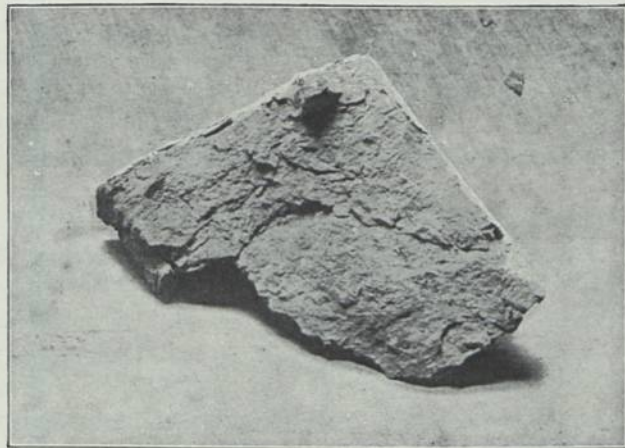


FIG. 5

moins temporellement, au lieu de la prévenir. C'est ce que nous avons constaté entre autres au canal de Maas-Waal, où nous avons réussi à faire appliquer l'ancien art de bâtir des Romains au béton pilonné de ciment moderne.

Moi j'ai toujours prescrit la proportion 1 à 1 en parties de mesure. A la Haye l'ingénieur Hijner emploie avec succès 1 ciment $\frac{3}{4}$ trass.

Ce qui est remarquable, c'est que le trass favorise beaucoup la plasticité du mortier et c'est ce que fait aussi le sable fin. M. Hijner travaille avec 1 ciment $\frac{3}{4}$ trass, 3 sable gros de rivière, 3 sable fin de dunes, et il a même porté la teneur en sable jusqu'à 7 parties, sans que les maçons l'aient remarqué. Donc il est tout à fait superflu, de gâter le mortier ciment-portland en y mêlant de la chaux, afin de le rendre plus plastique et meilleur marché.

Il me semble bon de mentionner encore, que moi j'ai réussi par des essais empiriques longs et étendus à faire de bons planchers sans joints de ciment de magnésie (xylo lithé). Dans ce travail la faute générale est, qu'on mêle d'abord le ciment et la sciure de bois et qu'on gâche ensuite le mélange avec la solution de chlorure de magnésie, comme si c'était de l'eau pure, de sorte qu'il est tout à fait accidentel s'il se forme une proportion juste entre oxyde de magnésie et chlorure de magnésie, ce qui est la cause principale pour avoir un travail irréprochable et durable. Ma recette, quoique infaillible, manque de toute base scientifique. C'est ce que M. van der Wallen se propose encore d'examiner.

Vous voyez M.M. qu'après l'institution de l'Association Internationale, vouée à la science des Matériaux de Construction, il y aura maints sujets pour l'échange d'idées.

DAS VERFAHREN ZUR PRÜFUNG VON ZIEGELSTEINEN AUF DRUCKFESTIGKEIT

von

PROF. H. BURCHARTZ

Staatl. Materialprüfungsamt, Berlin

Nach den Beschlüssen der internationalen Konferenzen, die anfangs der 90-iger Jahre des vorigen Jahrhunderts in Wien und Berlin stattfanden, sollen Ziegelsteine in der Weise auf Druckfestigkeit geprüft werden, dass die Ziegel durch Zersägen in zwei Hälften geschnitten, die Hälften mit fettem Zementmörtel aufeinandergemauert, die der Mauerfuge parallelen Druckflächen mit ebensolchem Zementmörtel abgeglichen und die so gewonnenen Versuchskörper nach ausreichender Erhärtung der Mörtelschichten und genügendem Austrocknen der Druckprobe unterzogen werden. Dieses Verfahren ist seinerzeit in Deutschland eingeführt worden und hat auch in anderen Ländern Eingang gefunden, so in Holland, Österreich, Ungarn, der Schweiz, Schweden, Norwegen und Russland.

In Amerika werden Ziegelsteine in der Weise auf Druckfestigkeit untersucht, dass die Steine in Hälften geschnitten und die Hälften hochkant gestellt zerdrückt werden, nachdem die Druckflächen mit Gips abgeglichen sind.

In Belgien und Kanada bestehen noch keine einheitlichen Vorschriften für die Prüfung von Ziegelsteinen.

Aus welchen Gründen das beschriebene Verfahren seinerzeit empfohlen worden ist, dafür findet sich ein Anhalt weder in den Beschlüssen der internationalen Konferenzen, noch sonstwo in der einschlägigen Literatur. Wahrscheinlich hat man das Verfahren deshalb vorgeschlagen, weil man auf diese Weise annähernd würfelförmige Probekörper unter möglichster Erhaltung der Brennhaut der Ziegel gewinnen und den etwaigen nachteiligen Einfluss, den das ganze oder teilweise Fehlen der Brennhaut, was allerdings beim Herausschneiden oder Herausbohren von Körpern aus den Steinen unvermeidbar wäre, auf das Versuchsergebnis ausüben könnte, nach Möglichkeit ausschliessen wollte.

Abgesehen davon, dass in Wirklichkeit nach dem angegebenen Probenfertigungs verfahren keine genau würfelförmigen Körper gewonnen werden — das Verhältnis $\frac{\sqrt{\text{gedrückte Fläche}}}{\text{Höhe}}$ beträgt nämlich bei solchen Probekörpern aus Mauersteinen

normaler Abmessungen mit Fuge und Abgleichschichten durchschnittlich nur etwa 0,8, nicht wie bei Würfeln 1 — hat man wahrscheinlich übersehen, dass man auch noch eine Reihe anderer Fehler in das Versuchsverfahren hineinträgt, die das Prüfungsergebnis unkontrollierbar beeinflussen und die es unmöglich machen, die wahre Materialfestigkeit zuverlässig zu ermitteln. Diese Fehlerquellen liegen in der ungleichen Bindekraft der für Fuge und Abgleichschichten verwendeten Zemente, der dadurch bedingten verschiedenen Festigkeit des Zementmörtels dieser Schichten und dem Alter der Fuge und der Abgleichschichten.

Gary hat bereits 1899 auf die Mängel des Verfahrens aufmerksam gemacht und durch einschlägige Versuche den Einfluss der Festigkeit des zur Herstellung der Fuge verwendeten Zementes und des Alters der Mörtelbänder auf die Festigkeit der Probekörper festgestellt. Ich habe durch eigene umfangreiche Versuche die Abhängigkeit der Festigkeit der Probekörper von dem Alter der Fuge und der Abgleichschichten ermittelt und in Verbindung hiermit planmässige Untersuchungen über die Beziehungen zwischen der Druckfestigkeit von Versuchskörpern aus Steinhälften und der aus den Steinen herausgeschnittenen würfelförmigen Körper angestellt. Die Versuche haben ergeben, dass die Körperfestigkeit umso höher ist, je grösser die Bindekraft des Zementes ist, dass sie mit fortschreitendem Alter der Mörtelbänder wächst und dass sie je nach der Steinfestigkeit gleich oder geringer ist als die Würfelfestigkeit. Über die Ergebnisse dieser Versuche habe ich an anderer Stelle ausführlich berichtet.

Wenngleich die vorliegenden Versuchsergebnisse bereits deutlich erkennen liessen, dass das zurzeit übliche Verfahren der Prüfung von Mauersteinen auf Druckfestigkeit unzuverlässig ist und bei dessen Anwendung die wahre Materialfestigkeit der Steine nicht gefunden wird, sind auf meine Veranlassung noch weitere planmässige Versuche ausgeführt worden, einmal um weitere Unterlagen für die Beurteilung der Beziehungen zwischen Körper- und Materialfestigkeit zu gewinnen, und zweitens um festzustellen, ob sich auch statt würfelförmiger zylindrische Körper zur Bestimmung der Materialfestigkeit benutzen lassen, da ja Zylinder leichter und billiger herzustellen sind als Würfel. Für diese Versuche wurden an einer grossen Anzahl von Ziegel- und Kalksandsteinsorten

1. Probekörper in der üblichen Art und
2. würfelförmige Körper, deren Kantenlänge gleich der Höhe der Steine war, und
3. zylindrische Körper von 5 cm Durchmesser und 5 cm Höhe hergestellt.

Die Würfel wurden aus den Steinen herausgeschnitten, die Zylinder herausgebohrt und ihre Druckflächen durch Schleifen gebnet.

Es sei bei dieser Gelegenheit bemerkt, dass beim Herausbohren der Zylinder in einzelnen Fällen derart weitgehende Zerstörungen an den Versuchskörpern eintraten, dass diese für die Prüfung auf Druckfestigkeit nicht verwendbar waren, und zwar wurde diese Erscheinung bei solchem Steinmaterial beobachtet, das ein grobkörniges Gefüge hatte.

Dagegen traten beim Herausschneiden der Würfel in keinem Falle äusserlich wahrnehmbare Beschädigungen der Probekörper ein.

Sämtliche Probekörper — 10 in jeder Versuchsreihe — wurden trocken der Druckprobe unterzogen.

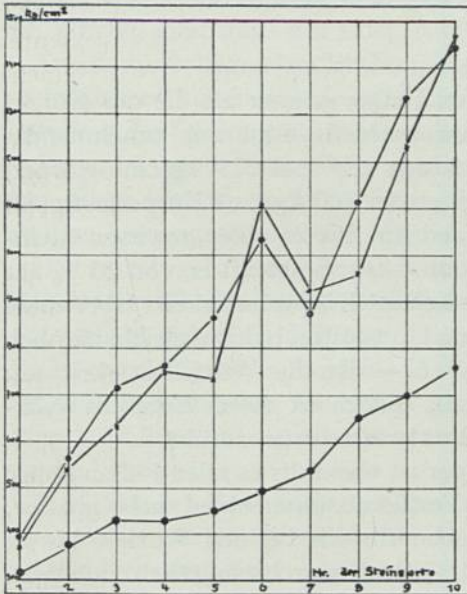


Abb. 1. Darstellung der durchschnittlichen Ergebnisse der Druckversuche mit Mauerziegeln.

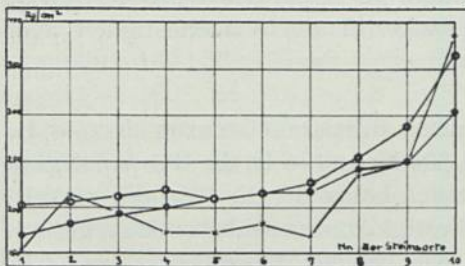


Abb. 2. Darstellung der durchschnittlichen Ergebnisse der Druckversuche mit Kalksandsteinen.

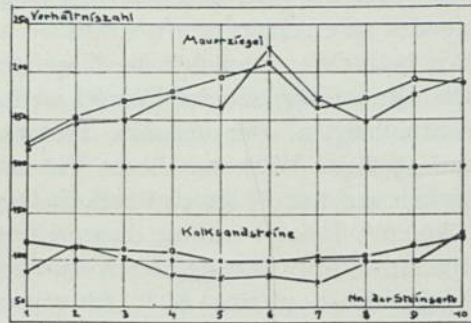


Abb. 3. Darstellung der Verhältniszahlen.

- Körperfestigkeit
- Würfel- und Materialfestigkeit
- Zylinderfestigkeit

Steinsorte Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Art der Versuchsstücke	Mittlere Druckfestigkeit in Kg/cm ²									

Mauerziegel

Körper	319	373	450	450	451	495	540	650	700	760
Würfel	393	561	749	765	869	1033	976	1117	1338	1440
Zylinder	376	543	655	753	726	1110	926	960	1235	1460

Kalksandsteine

Körper	171	183	192	201	210	216	219	243	249	304
Würfel	207	206	213	221	211	216	218	256	289	366
Zylinder	154	214	195	173	174	181	170	237	250	388

Verhältniszahlen: Körperfestigkeit = 100 gesetzt

Mauerziegel

Körper	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Würfel	123	151	169	178	193	209	162	172	192	189
Zylinder	118	146	148	175	161	225	171	148	176	192

Kalksandsteine

Körper	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Würfel	119	115	111	110	100	100	104	105	116	115
Zylinder	89	117	102	85	82	84	78	98	100	118

Durchschnittswerte der Druckversuche

Ich schalte hier ein, dass in meinen weiteren Ausführungen der Einfachheit halber und zur Verdeutlichung des Unterschiedes zwischen den an Probekörpern der drei Formen ermittelten Druckfestigkeiten die Begriffe Körperfestigkeit, Würfel- oder Materialfestigkeit und Zylinderfestigkeit gewählt sind.

Die Durchschnittswerte der gewonnenen Versuchsergebnisse sind in Tafel 1 und in den Bildern 1 u. 2 nebst den sie darstellenden Schaulinien veranschaulicht. Die dick ausgezogenen Linien stellen die Druckfestigkeitswerte der Körper aus Steinhälften, die dünn ausgezogenen Linien die Werte der Würfel und die ge-

strichelten Linien die der zylindrischen Versuchsstücke dar. Die Tafel enthält auch noch die Verhältniszahlen, d. h. das Verhältnis der Körperfestigkeit, diese = 100 gesetzt, zu der Würfel- und Zylinderfestigkeit. Bild 3 veranschaulicht die Verhältniszahlen.

Schlussfolgerungen: Aus den Zahlenwerten und dem Verlauf der Schaulinien ist folgendes zu ersehen:

Wir betrachten zunächst die Ziegelsteine.

Die Druckfestigkeit der Würfel ist in allen Fällen grösser als die der Körper aus Steinhälften. Der absolute Festigkeitsunterschied steigt mit zunehmender Steinfestigkeit. Während dieser Unterschied sich z.B. bei 319 kg/cm² Körperfestigkeit auf nur 74 kg/cm² beläuft, beträgt er bei 760 kg/cm² Körperfestigkeit 680 kg/cm². Relativ nimmt dieser Unterschied nur bis zu einer gewissen Steinfestigkeit — etwa 500 kg/cm² Körperfestigkeit — zu. So steigt er von 23 % für 319 kg/cm² bis auf rund 80 % für etwa 500 kg/cm² Körperfestigkeit. Über diese Körperfestigkeit hinaus bleibt der Unterschied im Mittel nahezu gleich, nämlich rund 80 %. In einem Falle — Ziegelsorte Nr. 6 — ist die Würfel festigkeit um mehr als 100 % höher als die Körperfestigkeit; jedoch ist dieses Ergebnis wahrscheinlich auf Ungleichmässigkeit des Ziegelmateriale zurückzuführen.

Die Druckfestigkeit der zylindrischen Körper ist ebenfalls in allen Fällen höher als die Körperfestigkeit. Auch hier wird der Festigkeitsunterschied umso grösser, je höher die Körperfestigkeit ist. Er steigt ebenfalls wie bei den Würfeln bis zu einer gewissen Grenze der Körperfestigkeit, jedoch durchschnittlich in etwas geringerem Grade als bei der Würfel festigkeit. So beträgt er z.B. bei 319 kg/cm² Körperfestigkeit nur 18% gegenüber 23 % bei der Würfel festigkeit und für 451 kg/cm² Körperfestigkeit nur 61 % gegenüber 93 % bei der Würfel festigkeit. Durchschnittlich ist die Zylinderfestigkeit geringer als die Würfel festigkeit. Nur in drei Fällen ist sie etwas grösser als diese.

Nun zu den Kalksandsteinen.

Bei den Kalksandsteinen, deren Festigkeit in mittleren Grenzen liegt — die Körperfestigkeit schwankt zwischen 172 und 304 kg/cm² — ist die *Würfel festigkeit* ebenso wie bei den Ziegelsteinen durchschnittlich höher als die Körperfestigkeit. Jedoch ist der Unterschied zwischen beiden Festigkeiten verhältnismässig gering. Mit steigender Festigkeit nimmt er ebenso wie bei den Ziegelsteinen zu. Z.B. beträgt er bei rund 200 kg/cm² Körperfestigkeit 0 % und bei 300 kg/cm² Körperfestigkeit 25 %.

Die *Zylinderfestigkeit* ist nicht nur geringer als die Körperfestigkeit, sondern auch geringer als die Würfel festigkeit. Dass die Zylinderfestigkeit der Kalksandsteinsorten Nr. 2 und 3 etwas höher ist als die Körperfestigkeit, dürfte auf Zufälligkeiten beruhen. Die Kalksandsteinsorte Nr. 10 mit der höchsten Körperfestigkeit von 304 kg/cm² hat eine um 28 % höhere Zylinderfestigkeit, ein Beweis dafür, dass Kalksandsteine mit höherer Festigkeit sich ebenso verhalten wie Mauerziegel von grosser Festigkeit.

Der Grund dafür, dass die zylindrischen Körper aus Kalksandsteinen geringere

Druckfestigkeiten ergeben haben als die aus Steinhälften bestehenden Körper, dürfte darin zu suchen sein, dass das Material der Steine beim Herausbohren in seinem Gefüge gelockert und infolgedessen in seiner Festigkeit beeinträchtigt worden ist. Es ist nicht ausgeschlossen, dass der Befund, nach dem die zylindrischen Körper aus Mauerziegeln ebenfalls geringere Festigkeiten ergeben haben als die Würfel, gleichfalls auf Lockerung des Gefüges zurückzuführen ist.

Aus dem vorliegenden Prüfungsbefund geht deutlich hervor, dass die an Versuchskörpern aus Steinhälften ermittelte Druckfestigkeit nicht die wahre Druckfestigkeit des Steinmaterials darstellt. Auch die an zylindrischen Körpern ermittelte Druckfestigkeit kann nicht als die wahre Materialfestigkeit angesprochen werden. Diese wird vielmehr in einwandfreier Weise nur durch Prüfung der aus den Steinen herausgeschnittenen Würfel gefunden.

Das zurzeit gebräuchliche Verfahren für die Bestimmung der Druckfestigkeit von Mauersteinen bedarf daher der Neuregelung.

Es erhebt sich nun die Frage: Wie erklärt sich die auffallende Erscheinung, dass die Körperfestigkeit, sobald die Festigkeit der Steine eine gewisse Grenze erreicht hat und überschreitet, kleiner ist als die Würfelfestigkeit? Eine Erscheinung, die umso auffälliger ist, als man erwarten sollte, dass erstere Festigkeit grösser ausfalle als die letztere; denn

1. bleibt bei den Körpern aus zwei Steinhälften die Brennhaut der Ziegel völlig unversehrt, während sie bei den Würfeln nur an einzelnen Seitenflächen und bei den Zylindern überhaupt nicht erhalten bleibt,

2. ist bei den Versuchskörpern aus zwei Steinhälften wegen der grösseren Druckflächen die Reibung zwischen diesen und den Druckplatten der Presse grösser als bei den Würfeln und Zylindern mit ihren wesentlich kleineren Druckflächen. Das Verhältnis der Druckflächen der drei Körperarten ist nämlich durchschnittlich $144 : 38 : 19$ oder — die Druckfläche der Körper aus Steinhälften = 100 gesetzt — $100 : 26 : 14$.

Die geringere Druckfestigkeit der aus Steinhälften bestehenden Versuchskörper erklärt sich aus der Wirkung der Abgleichschichten und der Zementfuge, die die beiden Steinhälften miteinander verbindet. Solange die Materialfestigkeit der Steine kleiner oder ebenso gross ist wie die Festigkeit des Materials der Zementfuge und der Abgleichschichten — diese dürfte etwa zwischen 100 und 250 kg je nach der Bindekraft des verwendeten Zementes liegen, d.h. also zwischen den Druckfestigkeitsgrenzen von Steinen mittlerer Güte — wird die Festigkeit der Fuge ohne wesentlichen Einfluss auf die Festigkeit des Versuchskörpers sein. Sobald jedoch die Druckfestigkeit des Steinmaterials die Materialfestigkeit der Mörtelbänder überschreitet, wirken diese wie weiche Zwischenlagen, die bekanntlich beim Druckversuch bewirken, dass der Probekörper zu früh zu Bruch geht. Dieser ungünstige Einfluss wird umso grösser, je höher die Steinfestigkeit ist, eine Folgerung, deren Richtigkeit die besprochenen Versuche hinlänglich beweisen.

In Anbetracht der vorliegenden Versuchsergebnisse, die, wie gesagt, dartun, dass die an Probekörpern aus Steinhälften ermittelte Druckfestigkeit nicht die

wahre Materialfestigkeit der Steine bedeutet, das in Deutschland und in vielen anderen Ländern gebräuchliche Verfahren zur Bestimmung der Druckfestigkeit an Mauersteinen also nicht zuverlässig ist, gestatte ich mir den Antrag zu stellen, als Verfahren für die Bestimmung der Materialdruckfestigkeit von Mauersteinen die Prüfung von aus den Steinen gewonnenen würfelförmigen Körpern einzuführen.

DISKUSSION

Professor Dr. Ing. GEHLER, Dresden

Ich möchte nicht unterlassen, darauf hinzuweisen, dass bekanntlich die Grösse des Drückwürfels von erheblichem Einfluss auf die Druckfestigkeitswerte ist. Wie ich auf der diesjährigen Hauptversammlung des Deutschen Betonvereins berichtet habe, ist die Ursache hierfür wohl fast ausschliesslich in der Endflächenreibung zu suchen. Beseitigt man diese, so erhält man als Grundlage für den zu prüfenden spröden Baustoff „die Würfel Festigkeit ohne Endflächenreibung“, in der man einen von der Würfelgrösse unabhängigen Materialfestwert zu finden hoffen darf. Versuche zur weiteren Klärung dieser Frage für verschiedene Gesteine sind in meinem Dresdner Institut im Gange. Bei dem Vorschlag Burchartz wird somit die Wahl der Grösse des Würfels von grundlegender Bedeutung sein.

Prof. VISSER, Delft

Das Material ist im allgemeinen nicht genügend homogen, um die Druckfestigkeit mittels eines kleinen Kubus anzugeben. Im Laboratorium für Baustoffe der Technischen Hochschule in Delft hat es sich nämlich gezeigt, dass von 3 Kubi, aus Kalksandstein oder Backstein gesägt, die Druckfestigkeit gegenseitig sehr verschieden ist. Sie betrug z.B. bei Kalksandstein bei 3 aus einem Steine gesägten Kubi bzw. 208, 171 und 237 kg per cm³, und bei Backstein bei 3 aus einem Steine gesägten Kubi bzw. 319, 260 und 326 kg.

Hieraus würde sich ergeben, dass die Mitte der Steine nicht so hart ist, wie das Material an der Aussenseite. Aus diesem Grunde müsste genau ermittelt werden, wo der Kubus aus dem Steine gesägt werden muss. Weil der Resultat der Untersuchung von *einem* Kubus keine richtige Vorstellung geben kann, bin ich der Ansicht, dass die vorgeschlagene Methode nicht die richtige ist.

Antwort des Herrn Prof. BURCHARTZ

Die grossen Unterschiede in den Festigkeitswerten von Würfeln aus demselben Steine sind nicht verwunderlich, denn ganze Steine derselben Lieferung liefern ebenfalls solch grosse Differenzen. Was die Grösse der Würfel betrifft, so ist man natürlich in dieser Hinsicht beschränkt, da man die Würfel nicht beliebig gross machen kann.

DER EINFLUSS DES BRENNVERFAHRENS AUF RAUMGEWICHT UND SPEZIFISCHES GEWICHT VON ZIEGELSTEINEN

von

PROF. IR. CHR. K. VISSER,

Professor in der Baumaterialienkunde an der Technischen Hochschule, Delft (Holland).

1. *Das allgemeine Brennverfahren.*

Es ist eine bekannte Tatsache, dass während des Brennens des Tones zum Steine ein Verlust des chemisch gebundenen Wassers eintritt und dass, sobald dieser Verlust eine bestimmte Grenze überschritten hat, das Material mit den gewöhnlichen Hilfsmitteln nicht wieder in den plastischen Zustand zurückzuführen ist.

Der Ton ist dann in ein steinartiges Material übergegangen.

Als Nebenerscheinungen bei diesem Übergange in den steinartigen Zustand zeigen sich noch andere Prozesse, von denen die Änderung des spezifischen Gewichtes, aber vor allem die des Raumgewichtes des Materials die Aufmerksamkeit auf sich lenken.

Unter Raumgewicht soll verstanden werden das Gewicht der Raumeinheit in dem Zustande, in dem das Material vorkommt, während unter spezifischem Gewichte verstanden wird das Gewicht der Raumeinheit, falls alle Poren vollständig mit dem Material angefüllt sind.

Der Quotient von Raumgewicht und spezifischem Gewichte ist also der Dichtigkeitsgrad.

Die Bestimmung des Verlaufes des Raumgewichtes und des spezifischen Gewichtes fand statt, indem man kleine Steinchen brannte, die aus am Ziegelofen geformten und getrockneten Steinen der Waalform geschnitten waren. Diese Steinchen wurden einer immer wachsenden mit Zwischenräumen von 100 °C. gemessenen Temperatur ausgesetzt; jedoch wurden in der Nähe des Anfangspunktes der Sinterung oder Verklinkerung die Unterschiede bis zu 30—35 °C. heruntersetzt, damit während der Verklinkerung mehrere Wahrnehmungen gemacht werden konnten.

Aus den Untersuchungen, auf den bei verschiedenen Temperaturen erbrannten Steinchen angestellt, lässt sich die Schlussfolgerung ziehen, dass im allgemeinen das spezifische Gewicht nur geringen Abänderungen unterliegt.

Von 100°C. bis 1000°C. findet eine langsame Steigung statt, die durch den Verlust an Bestandteilen mit niedrigerem spezifischem Gewichte, nämlich organischen Stoffen, Hydratwasser und Kohlensäure, verursacht wird.

Oberhalb der Temperatur von etwa 1000°C. , wobei gewöhnlich die Verklinkerung einsetzt, tritt eine Abnahme auf, die vielleicht verursacht wird durch den Übergang des Quarzes in Tridymit und durch die Bildung neuer Silikate.

Diese Abnahme des spezifischen Gewichtes findet statt, sowohl während der Verklinkerung wie nachher, wenn die ganze Masse in den geschmolzenen Zustand übergeht.

Das spezifische Gewicht bewegt sich dabei etwa zwischen den Grenzen 2,65 und 2,55, sodass von grossen Schwankungen nicht die Rede sein kann.

Die Unterschiede, die während des Brennverfahrens sich im Raumgewichte zeigen, sind dagegen viel wichtiger, wie aus der nachfolgenden Schaulinie des allgemeinen Brennverfahrens hervorgeht, die als ein mittlerer Verlauf aufgefasst werden muss, weil jede Tonart, ihrer Zusammensetzung zufolge, einen eignen und charakteristischen Verlauf des Raumgewichtes zeigt.

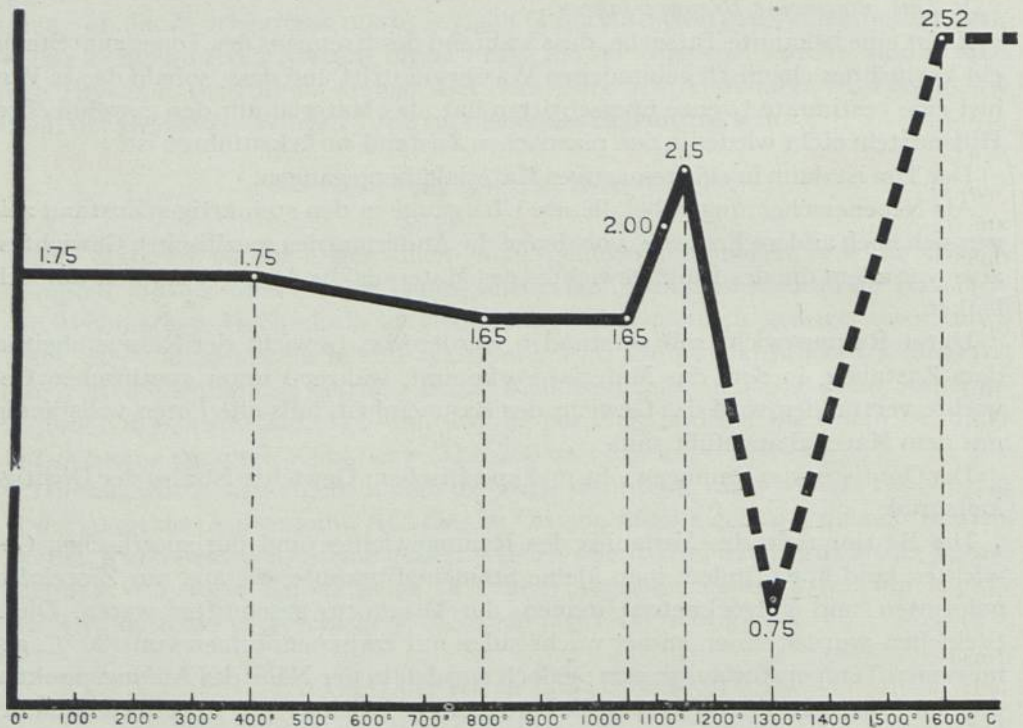


ABB 1. Mittlerer Gang des Raumgewichtes beim Brennen des Tones

Es ist wohl bemerkenswert, dass bis zu einer Temperatur von etwa 400°C. nahezu keine Änderung des Raumgewichtes eintritt, wiewohl selbstverständlich der Ton einer erheblichen Änderung unterliegt.

So verliert der Ton einen Teil seines Hydratwassers, indem organische Substanz verbrennt, wodurch eine Abnahme des Raumgewichtes eintreten müsste.

Die Abnahme wird aber zu nichte gemacht von einem gewissen Schwinden des Tones, wodurch eine Zunahme des Raumgewichtes stattfindet.

Die Änderungen halten einander also bis zu einer Temperatur von 400° C. nahezu im Gleichgewicht.

Oberhalb der Temperatur von 400° C. erlangt aber zweifelsohne eine Abnahme des Raumgewichtes das Übergewicht, da einesteils das Schwinden des inzwischen zum steinartigen Material gewordenen Tones nahezu nicht mehr möglich ist, andernteils ein fortwährender Verlust von Hydratwasser und nachher von Kohlensäure, von kohlensäurem Kalk herrührend, eine merkliche Abnahme hervorruft.

Dieser Verlust von Kohlensäure tritt hauptsächlich zwischen 700° und 900° C. ein.

Zwischen 800° und 1000° C. bleibt das Raumgewicht wieder nahezu gleich, mutmasslich herrührend vom Gleichgewicht zwischen einer weiteren Abnahme zufolge des Verlustes verschiedener Bestandteile und einer Zunahme zufolge eines gewissen Schwindens, entstanden aus einer grösseren Beweglichkeit des Materials im Innern, hervorgerufen von örtlichen Verklüngerungserscheinungen.

Bei einer Temperatur von etwa 1050° C. ist das Mindestraumgewicht erreicht, das auf etwa 1,65 zu stellen ist. Dann tritt aber plötzlich eine erhebliche Zunahme auf, bis bei 1150° C. der Höchstbetrag von etwa 2,15 erreicht ist.

Diese ausserordentlich schnelle Zunahme innerhalb eines Temperaturbereiches von 100° C. wird verursacht durch die allgemeine Sinterung des Materials, die sich zusammenfügt mit einer grossen Beweglichkeit der inneren Masse, jedoch ohne dass der Brand zerfliesst.

Die inneren, unter dem Einfluss der Flussmittel flüssigen Teile füllen die Poren an, was erhebliche Schwindungserscheinungen veranlasst.

Die Verhältnisse der Abmessungen des Steines bleiben behalten, aber die Form und der Rauminhalt werden kleiner, wodurch mehr Material pro Raumeinheit vorkommt.

Es ist offenbar, dass diese Erscheinung mit einer starken Zunahme des Raumgewichtes zusammengehen muss.

Diese Zunahme bricht aber ebenso plötzlich wieder ab, wie sie einsetzte, da bei etwa 1150° C. eine rasche Abnahme anfängt zufolge der Entwicklung eines Gases mit stark reduzierender Wirkung.

Diese Gasentwicklung paart sich mit einem Aufblähen des ganzen Steines, wodurch zahlreiche mehr oder weniger grosse Poren entstehen. Hierdurch erniedrigt sich das Raumgewicht selbst bis unter die Einheit, wodurch ein Material entsteht, das leichter als Wasser ist und also auf dem Wasser schwimmt.

Das erreichbare Mindestraumgewicht hängt mit der Zusammensetzung des Tones zusammen, aber bei einer bestimmten Temperatur, z.B. bei rund 1300° C., setzt wieder eine starke Zunahme ein, bis ein bestimmter Höchstwert erreicht wird.

Das Material ist dann völlig in den flüssigen Zustand übergegangen und infolgedessen sind Raumgewicht und spezifisches Gewicht einander gleich.

Da der Dichtigkeitsgrad dargestellt wird als der Quotient von Raumgewicht und spezifischem Gewichte, wird der Dichtigkeitsgrad des Brandes einem Verlauf folgen, der eine grosse Ähnlichkeit mit der Schaulinie des Raumgewichtes zeigt, weil das spezifische Gewicht nur ziemlich geringen Schwankungen unterliegt.

Für die Praxis genügt es, diesen Dichtigkeitsgrad zwischen ungefähr 500 C., bei welcher Temperatur das Material in genügender Weise in den steinartigen Zustand übergegangen ist, und etwa 1150° C., bei welcher Temperatur der Höchstdichtigkeitsgrad erreicht wird, zu betrachten.

2. Unterteilung der Ziegelsteine.

Unmittelbar lässt sich dieses ganze Material verteilen in zwei Hauptgruppen, nämlich die ungesinterde Gruppe und die gesinterde Gruppe, die geschieden sind von dem Punkte, an dem plötzlich die Sinterung oder Verklinkerung sich einstellt.

Die ungesinterde Gruppe umfasst alle gewöhnlichen Mauersteine von den weichsten bis zu den besten Giebelsteinen, nämlich bei Waal-Ton die Sorten „Rood“, „Boerengrauw“ und „Hardgrauw“.

Die beiden ersten Sorten werden sowohl zu Fundamentmauerwerk wie zu Innenwänden verwendet, die letztgenannte Sorte hauptsächlich zu den Aussenwänden unserer Wohnungen.

Die gesinterde Gruppe umfasst alle sogenannten Klinker, nämlich Mauerklinker und Pflasterklinker; die letztere werden noch in drei Sorten untergeteilt.

Es darf angenommen werden, dass Pflasterklinker erst dann entstehen, wenn ein Raumgewicht von 2 erreicht ist, sodass das Raumgewicht von Pflasterklinkern 3.ter Sorte zwischen etwa 2 und 2.05 liegt, von Pflasterklinkern 2.ter Sorte zwischen 2.05 und 2.10 und von Pflasterklinkern 1.ster Sorte zwischen 2.10 und 2.15.

Diese drei Sorten, die in einem Gesamttemperaturbereich von etwa 50° C. erbrannt werden, werden in Holland gradezu einwandfrei aus einem Ofenbrande herausortiert.

Dieser kurze Trajekt, bei einer Temperatur von rund 1100° C., stellt der zweckbewussten Herstellung von Pflasterklinkern selbstverständlich sehr hohe Anforderungen und diese Herstellung ist dann auch nur möglich in kleinen Ofenräumen, in welchen man die Temperatur in genügender Weise regeln kann.

In Holland hat in dieser Hinsicht der Kammerringofen mit überschlagender Flamme, kurz Flammofen genannt, sich bestens bewährt.

3. Die Sandstrahlprobe.

Im vorhergehenden wurde schon darauf hingewiesen, dass sich auch in der ungesinterten Gruppe stellenweise geringe Verklinkerung, zufolge des Vorkommens von Flussmitteln, zeigt.

Diese Sinterung ist die Ursache des Entstehens von stellenweise mehr durchbrannten Teilen, die deshalb eine grössere Härte besitzen als das Material in der Umgebung derselben. Dies geht klar aus dem Bilde 2 hervor, welches das Ergebnis der Sandstrahlprobe darstellt, bei welchem Verfahren Dünsand von bestimmter

Korngrösse während 5 Minuten mittels eines Luftstromes von 2 at gegen einen kreisrunden Teil des Steines mit einem Durchmesser von 6 cm geschleudert wird.

Die Tiefe der Abnutzung, die ungefähr aus der Grösse des Schlagschattens hervorgeht, ist der Härte des Brandes und also auch dessen Abnutzungswiderstandes umgekehrt proportional.

Die mehr durchbrannten Teile, die eine grössere Härte besitzen, sollen deswegen auch einen grösseren Abnutzungswiderstand zeigen, was aus diesem Bilde klar hervorgeht.

Im Bilde 3 ist das Ergebnis dieses Verfahrens auf Pflasterklinker 1.ter Sorte angegeben.

Die vollkommen gleichmässige Abnutzung darf als ein Beweis dafür gelten,

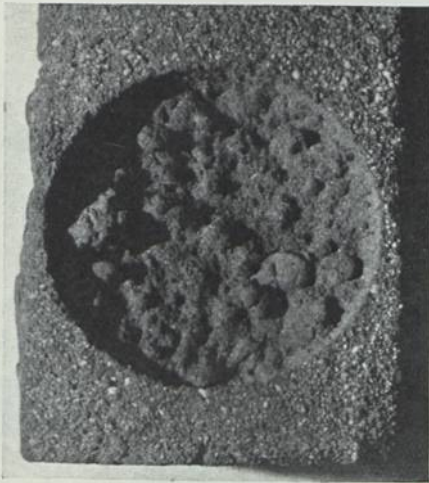


ABB. 2. Sandstrahlprobe auf Hardgrauw



ABB. 3. Sandstrahlprobe auf Pflasterklinker

dass die Ungleichmässigkeit der Sinterung sich aufgehoben hat und das ganze Material unter der hohen Temperatur einer starken Verklinkerung ausgesetzt worden ist. Dass der Abnutzungswiderstand dabei ausserordentlich hoch ist, zeigt sich schon aus der geringen Tiefe, zu der die kreisrunde Oberfläche abgenutzt worden ist.

4. Die kapilläre Aufsaugung von Wasser.

In der Gruppe der ungesinterten Steine zeigt sich merkwürdigerweise, dass der bei der höchsten Temperatur erbrannte Stein der poröseste ist.

Davon ist doch das Raumgewicht am geringsten und das spezifische Gewicht am höchsten, was den geringsten Dichtigkeitsgrad verursacht.

Hieraus geht also hervor, dass der beste Stein der ungesinterten Gruppe, d. h. der Stein, der am meisten für die Aussenwände unserer Wohnhäuser verwendet wird, am porösesten ist.

In gewisser Hinsicht darf dies als ein Vorteil betrachtet werden, weil hierdurch die wärmeschützende Wirkung erhöht wird.

Hinsichtlich der Wasseraufnahme, z.B. von Wasser aus der Atmosphäre, ist es jedoch von grosser Wichtigkeit, ob diese totale Porösität entweder von einer geringen Zahl ziemlich grosser Poren, oder von einer sehr grossen Zahl sehr kleiner Poren gebildet wird. Dieser Umstand beherrscht nämlich die kapilläre Aufsaugung des Wassers und es ist nun wieder merkwürdig, dass geradezu dieser Stein die lebhafteste kapilläre Wirkung zufolge des Vorkommens einer sehr grossen Zahl äusserst feiner Poren zeigt.

Diese Poren entstehen nämlich vor allem beim Verschwinden des Kohlendioxidgases bei einer Temperatur von 700° bis 900° C.

Untenstehendes Bild 4 gibt eine klare Anschauung dieser kapillären Aufsaugung. Die mit 2 und 3 vermerkten Steine gehören zu den weicht erbrannten, d.h.

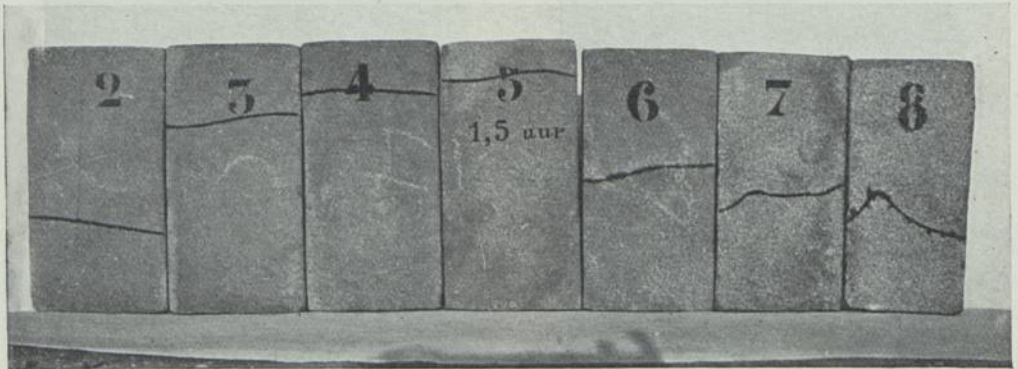


Abb. 4. Wasseraufsaugung in einem Sortiment Waalstein (rotbrennend)

„Rood“ 1.ter und 2.ter Qualität, Stein Nr. 4 ist „Boerengrauw“, Stein Nr. 5 „Hardgrauw“, d.h. der Stein, der eben vor Anfang des Sinterungstrajektes erbrannt wird.

Die Steine Nr. 6, 7 und 8 sind Mauer- resp. Pflasterklinker.

Diese Steine sind in der angegebenen Position bis zu einer Tiefe von 5 mm ins Wasser eingetaucht worden, sodass sie in freier Weise, wegen der kapillären Wirkung, Wasser aufsaugen konnten.

Die angegebenen Linien geben die kapilläre Aufsaugung in einer Zeitdauer von $1\frac{1}{2}$ Stunden wieder, und deutlich geht hieraus hervor, dass Stein Nr. 5 die grösste kapilläre Wirkung besitzt.

Auf Grund dieses Ergebnisses darf angenommen werden, dass der Waal-Stein, der für die Aussenwände unserer Wohnhäuser verwendet wird, in einer Zeitdauer von 2 Stunden über die ganze Länge von Wasser durchnässt ist.

Es ist aus diesem Grunde, dass eine Mauer von einer Stärke von nur einem Steine, wie diese in Holland vielfach gebräuchlich sind, das Regenwasser nicht abzuhalten vermag.

Besonders an der Regenseite sind solche Mauern stark wasserdurchlässig und sind die Ursache feuchter Häuser.

Dass dieser Mangel sehr häufig vorkommt, dürfte aus den zahlreichen Anstrichmitteln, mit welchen man solche Mauern gegen eindringendes Wasser zu schützen versucht, abgeleitet werden.

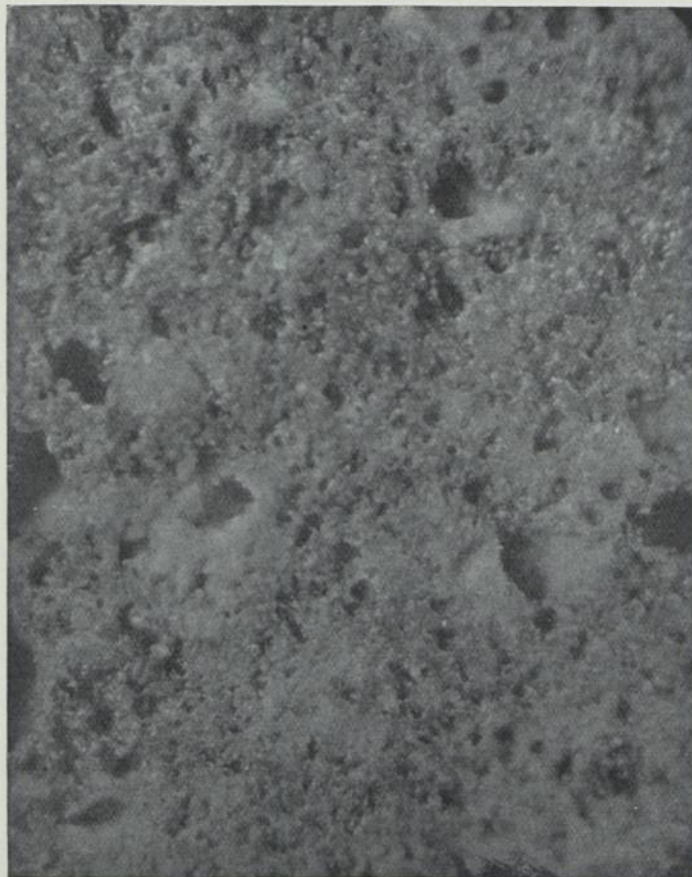


ABB. 5. Normaler Pflasterklinker (20 × vergrößert)

5. Höchstdichtigkeitsgrad und Übersinterung.

Es ist selbstverständlich für die Herstellung von Pflasterklinkern, d.h. von den am meisten durchbrannten Steinen der gesinterten Gruppe, von grosser Wichtigkeit, einen Brand des Höchstdichtigkeitsgrades zu erreichen.

Da während des Sinterungstrajektes das Raumgewicht steigt und das spezifische Gewicht fällt, wird dieser Höchstdichtigkeitsgrad mit dem Höchst-
raumgewicht, das der Brand erreichen kann, zusammenfallen.

Dieser Höchstwert ist für jede Tonart verschieden und im allgemeinen ist dieser am höchsten bei fetten Tonarten.

Übrigens übt die Schnelligkeit des Sinterns ihren Einfluss darauf aus in dem Sinne, dass eine langsame Sinterung das Füllen der Poren von der teilweise flüssigen Masse befördert, wodurch immer mehr Material pro Raumeinheit angehäuft wird.

Namentlich ist dieser Umstand von Wichtigkeit, weil jede Tonart bei einer be-

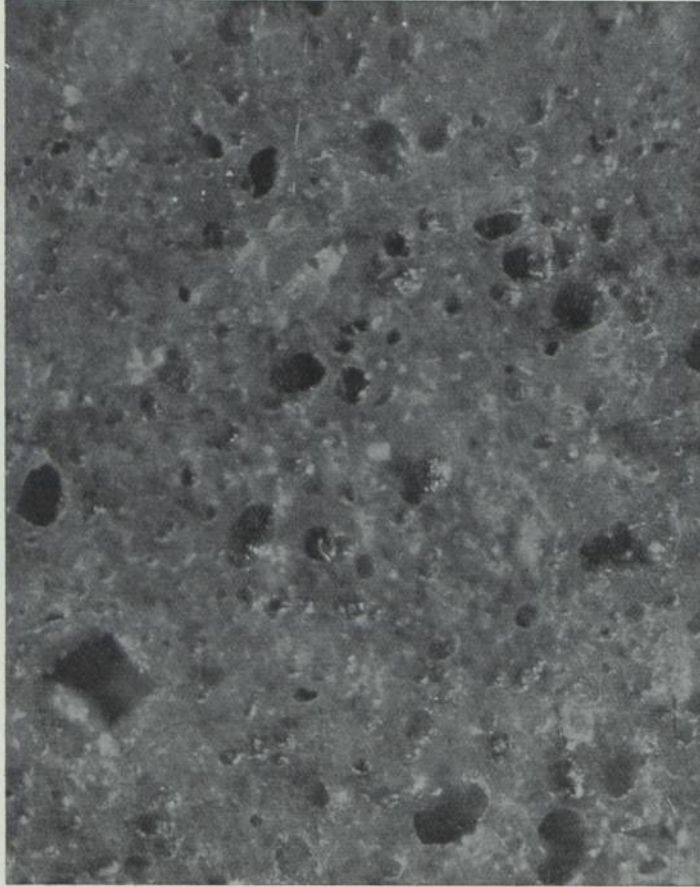


ABB. 6. Normaler Pflasterklinker, schwach übersintert (20 × vergrössert)

stimmten Temperatur zufolge der Gasentwicklung während des dann herrschenden äusserst plastischen Zustandes, sich aufbläht, was wieder zur Folge hat, dass das Raumgewicht schnell fällt und die Porösität in gleicher Weise schnell steigt.

Das Erreichen des Höchstraumgewichtes und deshalb des Höchstdichtigkeitsgrades ist also gänzlich von der Erhitzung bis zu einer bestimmten Temperatur abhängig und von der mehr oder weniger schnellen Weise, in welcher dies geschieht.

Denn nur bei langsam fortschreitender Erhitzung ist die Sicherheit da,

dass in dieser kritischen Temperatur die Poren genügend angefüllt worden sind zur Gewährung dieses Höchstdichtigkeitsgrades.

Dieser Höchstdichtigkeitsgrad ist bei den besten, für Pflasterklinkerherstellung geeigneten Tonarten, auf rund 0,85 zu stellen, wobei also immer noch eine Porosität von 15 v. H. des Rauminhaltes vorhanden ist.

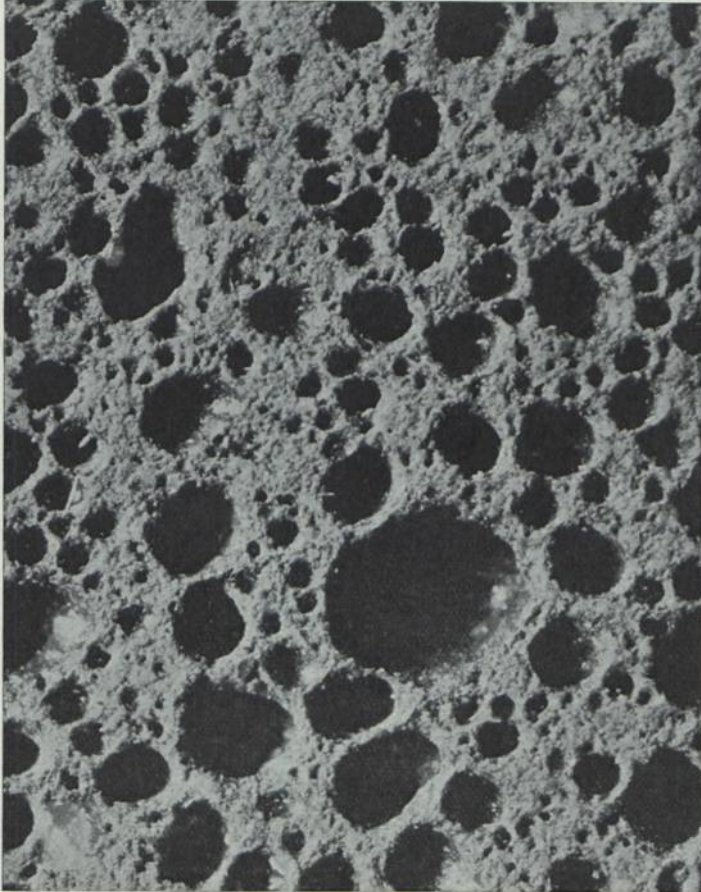


ABB. 7. Pflasterklinker, stark übersintert (20 × vergrößert)

Beim Überschreiten der kritischen Temperatur, wobei das Höchstraumgewicht entsteht, also bei Übersinterung, vermindert sich schnell die Qualität des Produktes.

Die Bilder 5, 6, 7 und 8, die die Ansicht der Sägefläche von Pflasterklinkern bei 20-maliger Vergrößerung wiedergeben, mögen zum Beweis dazu dienen.

Das Bild 5 gibt das Bild eines normalgesinterten Klinkers, das Bild 6 dasjenige eines einigermassen übersinterten Klinkers, bei welchem schon deutlich kleine Po-

ren sich zu entwickeln beginnen zufolge des Entstehens des obenerwähnten Gases.

Diese Poren nehmen, dem Gasdrucke zufolge, in dieser plastischen Masse ziemlich schnell die Kugelform an, wie namentlich aus dem Bilde 7 hervorgeht, wobei der Übersinterungsprozess schon ziemlich weit vorgeschritten ist.

Das Bild 8 gibt schliesslich ein Beispiel sehr starker Übersinterung, wobei

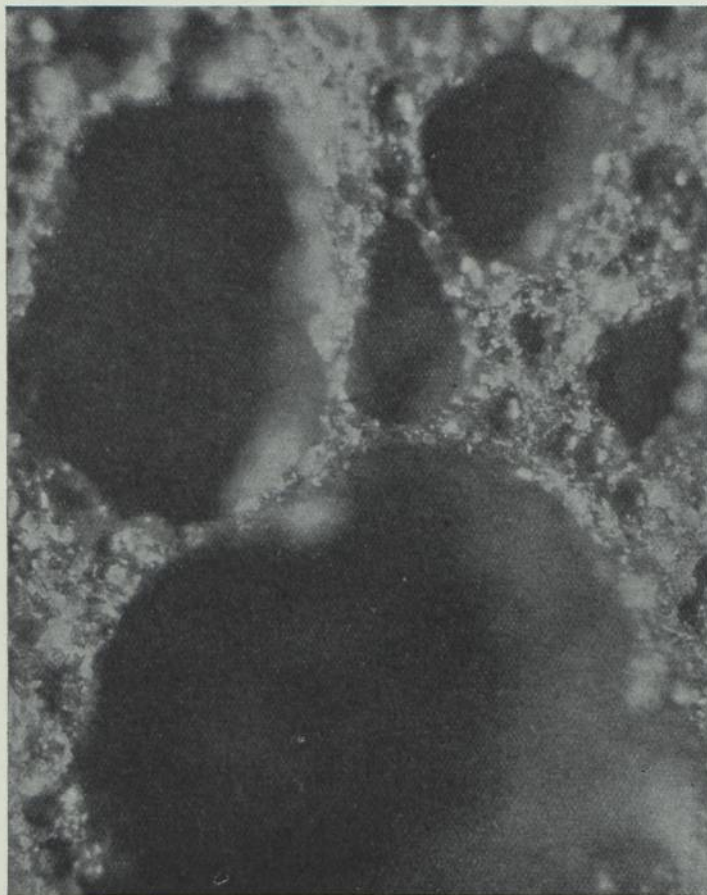


ABB. 8. Pflasterklinker, stark übersintert (20 × vergrössert)

zwischen den verschiedenen Poren nur ziemlich dünne Wände stehen geblieben sind.

Es ist offenbar, und dies geht deutlich aus den Bildern 7 und 8 hervor, dass übersinterteter Klinker viele seiner technisch geschätzten Eigenschaften eingebüsst hat und dass namentlich die Stossfestigkeit und die Biegezugfestigkeit stark gelitten haben. Solche Klinker sind dann auch sehr spröde und werden schon bei einem sehr geringen Raddrucke in der Strassenoberfläche entzwei brechen.

6. Der „Vlamovic“-Doppelklinker.

Dass diese Gasentwicklung sich mit einer reduzierenden Wirkung paart und deshalb mit einer Blaufärbung von rotbrennendem und also eisenhaltigem Tone zusammengeht, zeigt das Bild 9.

Das Bild 9 stellt die Sägefläche eines grossen sogenannten Doppelklinkers („Vlamovic“) dar, dessen Herstellung seit kurzem in Holland zur Hand genommen ist.

Dieser Doppelklinker wird mittels Trockenpressung hergestellt, damit der ungebrannte Förmling schon eine sehr grosse Dichtigkeit aufweist, was selbstver-

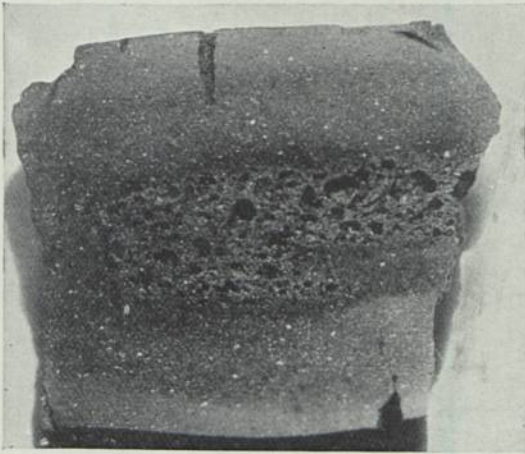


ABB. 9. Trockengepresster Pflasterklinker, übersintert

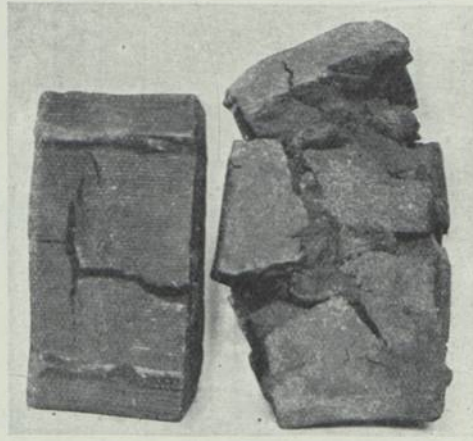


ABB. 10. Trockengepresste Pflasterklinker, übersintert

ständiglich zur Folge hat, dass das im Innern sich entwickelnde Gas weniger gut herauszutreten vermag.

Der Stein ist an den Aussenflächen rot geblieben zufolge oxydierendes Brennens, aber der Innenteil ist blauschwarz und ausserdem sehr porös.

Das sich entwickelnde Gas konnte, trotz des langsamen Sinterungsprozesses, durch das dichte Material nicht genügend schnell entweichen, weshalb der Stein in diesem plastischen Zustande zum Aufblähen gezwungen wurde.

Die Reduktion zu Eisenoxydulverbindungen hat überdies die Übersinterung stark vermehrt.

Zu welchen Missbildungen des Brandes dies Veranlassung geben kann, zeigt das Bild 10, in dem ein Paar dieser „Vlamovic“-Doppelklinker dargestellt sind.

Diese Erscheinung hat während der Versuchsdauer, in welcher die Herstellung dieses Materials vor etwa zwei Jahren sich befand, grosse Beschwerden veranlasst, die schliesslich völlig überwunden worden sind.

7. Beschaffenheit einiger holländischen Tone.

Das Vorhergehende bezieht sich ausschliesslich auf in Holland vorhandene Tone, aus welchen sowohl Mauersteine wie Pflasterklinker erbrannt werden.

Ihre Zusammensetzung kann freilich sehr verschieden sein, wie aus den Bildern 11, 12, 13 und 14 klar hervorgeht. In diesen graphischen Darstellungen sind die Temperaturen von links nach rechts und die verschiedenen Wahrnehmungen von unten nach oben eingetragen.

Die obere Linie stellt das spezifische Gewicht dar, die zweite Linie das Raumgewicht, während die dritte Linie den Dichtigkeitsgrad zeigt.

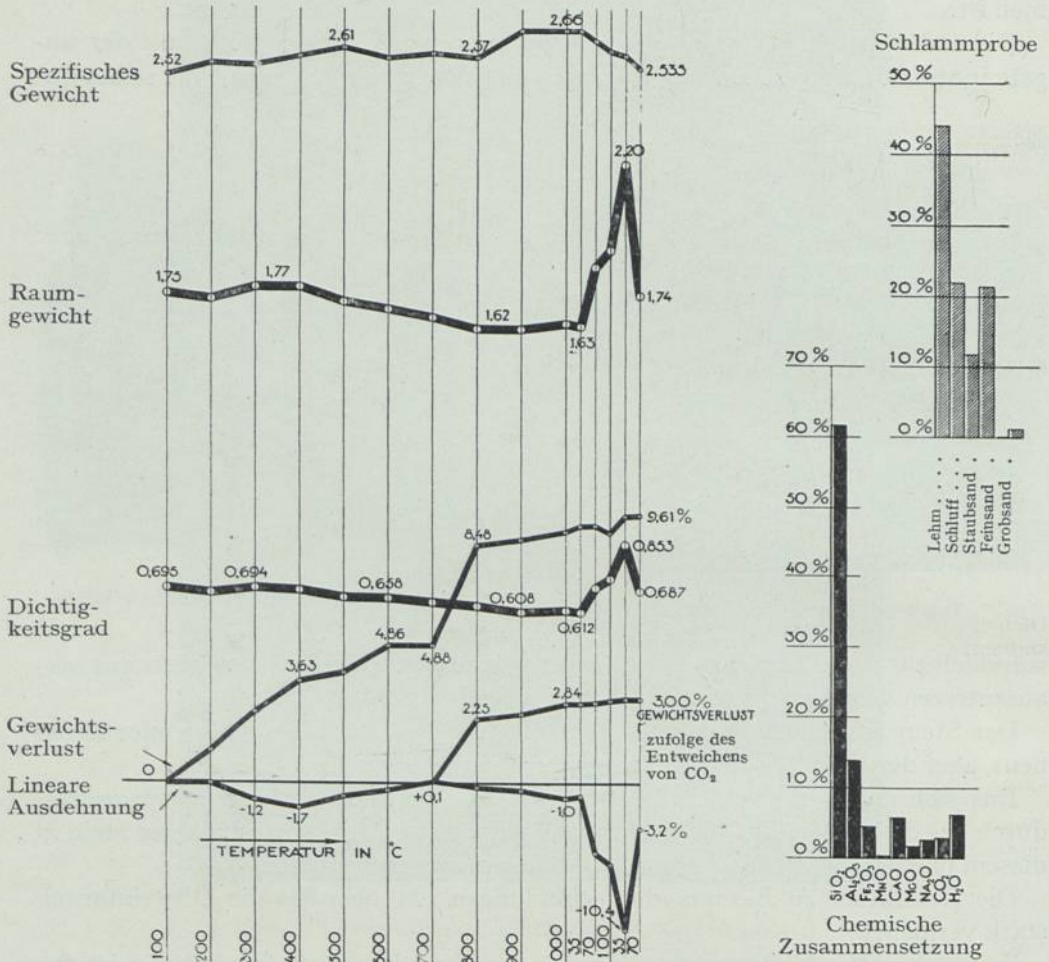


ABB. 11. Schaulinien des Brennvorganges eines guten Tones

Die übrigen Linien beziehen sich auf den Gewichtsverlust, die lineare Ausdehnung und den Gewichtsverlust zufolge des Entweichens von Kohlensäure.

Die chemische Zusammensetzung ist rechts unten, das Ergebnis der Schlammprobe rechts oben gezeichnet.

Das Bild 11 bezieht sich auf die Ergebnisse von Untersuchungen einer Waal-

Tonart, wovon Pflasterklinker vorzüglicher Beschaffenheit erbrannt werden können.

Nach der Schlammprobe ist dieser ein verhältnismässig fetter Ton, da der Lehmgehalt 44 v. H., der Schluffgehalt 22 v. H. und der Gesamtandgehalt ziemlich niedrig ist.

Nach der chemischen Zusammensetzung ist der Kalkgehalt, der etwa 5,5 v. H. beträgt, höher als der Eisengehalt.

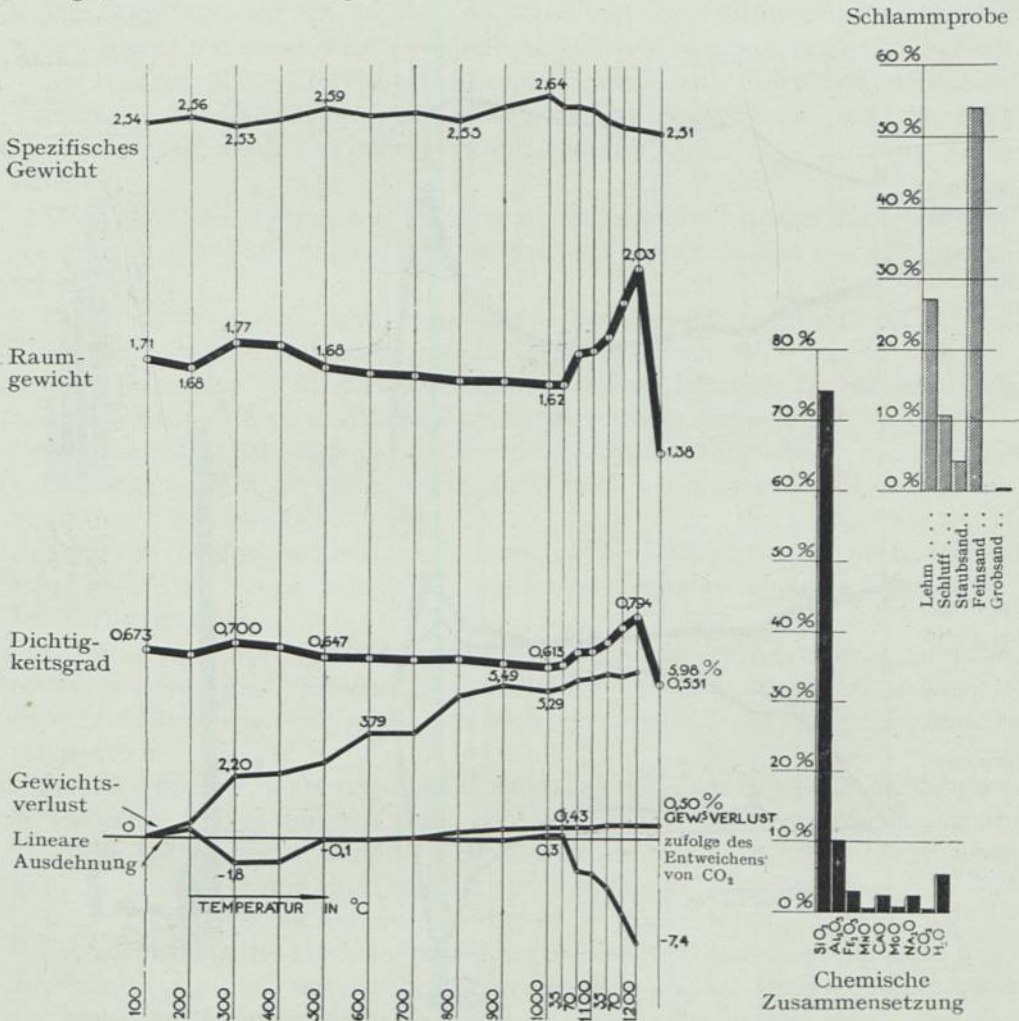


ABB. 12. Schaulinien des Brennvorganges eines schlechten Tones

Der Verlauf, bei aufeinanderfolgenden Temperaturen, des spezifischen Gewichtes und des Raumgewichtes und also auch des Dichtigkeitsgrades stimmt in der Hauptsache überein mit der allgemeinen Schaulinie des mittleren Brennvorganges des Bildes 1.

Das Höchstraumgewicht bei der kritischen Temperatur von 1135° C. beträgt

2,20, wobei das Material einen Dichtigkeitsgrad von rund 0,85 und eine Porosität von 15 v. H. des Rauminhaltes aufweist.

Die Sinterung und das sehr schnelle Heranwachsen des Raumgewichtes treten bei einer Temperatur von 1035° C. plötzlich ein; der ganze Sinterungstrajekt umfasst also nur rund 100° C.

Der Dichtigkeitsgrad steigt in diesen Temperaturgrenzen von 0,61 bis 0,85 an.

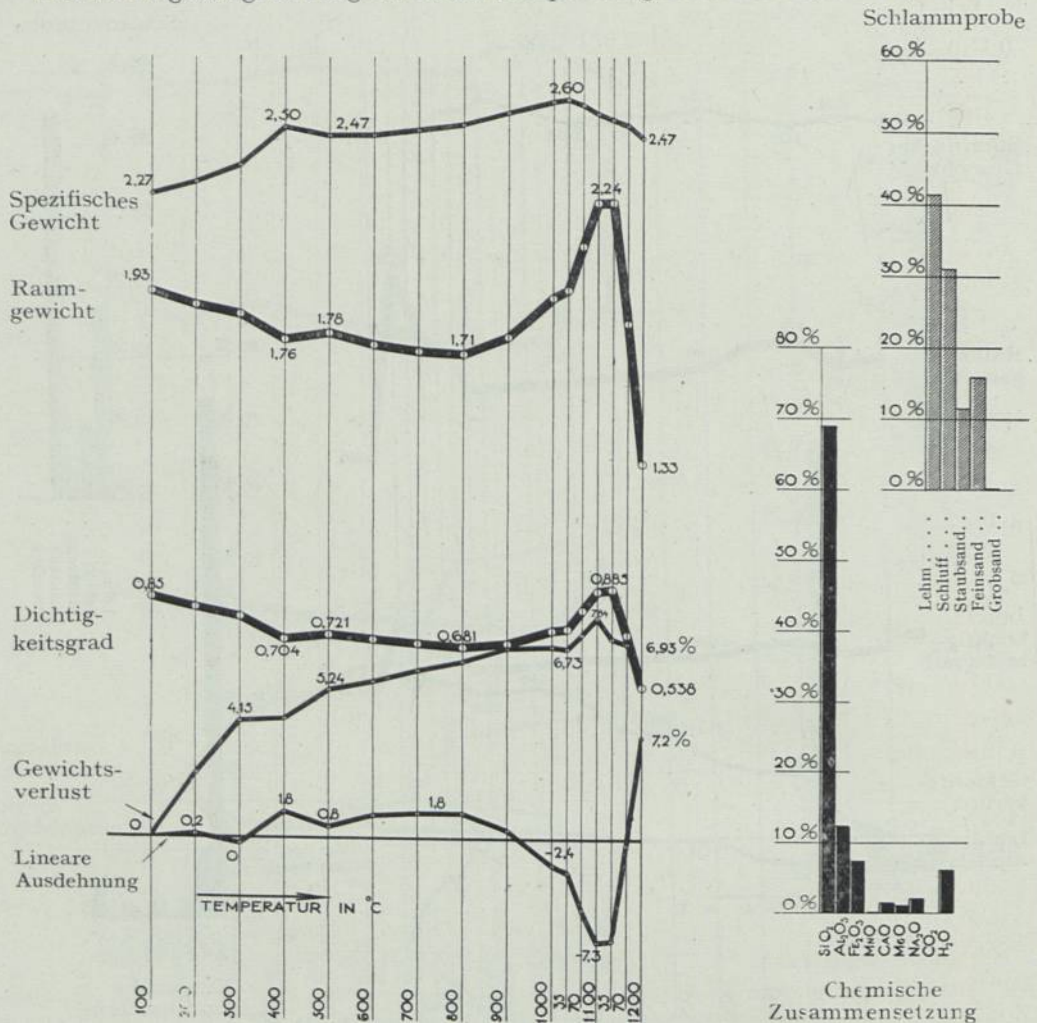


ABB. 13. Schaulinien des Brennvorganges eines eisenreichen Tones

Das Bild 12 hat Bezug auf die Ergebnisse von Untersuchungen einer viel sandreichen und also viel weniger fetten Tonart, deren Lehmgehalt nur 28 v. H. und deren Schluffgehalt 11 v. H. beträgt.

Der Gehalt an feinem Sande ist ausserordentlich hoch, nämlich 54 v. H.

Nach der chemischen Zusammensetzung ist der Eisengehalt etwas höher als der Kalkgehalt.

Eins und das andere verursacht eine kennzeichnende Abweichung im Verlaufe des Raumgewichtes, in dem Sinne, dass der Sinterungstrajekt bis zu rund 165° C. sich verlängert. Das Höchstraumgewicht dieses wenig fetten Tones beträgt nur 2,03 bei einem Dichtigkeitsgrade von 0,794.

Der hohe Sandgehalt hat obendrein zur Folge, dass die davon hergestellten Pflasterklinker ausserordentlich spröde sind.

Das Bild 13 bezieht sich auf die Ergebnisse von Untersuchungen einer ziemlich fetten Tonart mit einem sehr hohen Eisengehalt und einem niedrigen Kalkgehalt.

Der sehr erhebliche Einfluss von Eisenverbindungen als Flussmittel tritt in diesem Bilde sehr klar zu Tage, weil die Sinterung viel früher einfällt und der plötzliche Übergang, der in den beiden vorigen Bildern zu erkennen war, hierbei weggefallen ist.

Der Verlauf des Raumgewichtes weist hierbei eine Kettenlinie auf bei welcher die gesinterte und die ungesinterte Gruppe viel weniger scharf von einander geschieden sind.

Der Sinterungstrajekt wird begrenzt von den Temperaturen von 800° C. und 1100 bis 1135° C., also mindestens bis zu 300° C. im ganzen.

Das Höchstraumgewicht beträgt 2,24 mit einem Dichtigkeitsgrad von 0,885, welche Werte sehr hoch sind zufolge der Fettheit dieser Tonart.

Das Bild 14 bezieht sich auf die Ergebnisse von Untersuchungen einer typisch gelbbrennenden Tonart, die übrigens mit 31 v. H. Lehm und 15 v. H. Schluff mager genannt werden darf.

Nach der chemischen Zusammensetzung ist der Kalkgehalt sehr hoch, nämlich 9,5 v. H. und der Eisengehalt 4 v. H., wodurch der Brand von ausgesprochener gelber Farbe ist.

Dieser sogenannte IJsel-Ton besitzt ausserdem sehr viel organische Substanz, sodass zufolge deren Verbrennung, somit des Kohlensäureverlustes der Gesamtgewichtsverlust erheblich wird, was auch aus der diesbezüglichen Schaulinie zu schliessen ist.

Dem Verbrennen jener organischen Substanz und dem Entweichen sehr vieler Kohlensäure zufolge entsteht gegen den Anfang des Sinterungstrajektes ein sehr niedriges Raumgewicht, nämlich 1,22, übereinstimmend mit einem Dichtigkeitsgrade von rund 0,45 und eine Porösität von 55 v. H. des Rauminhaltes.

Dieser Mauerstein hat also mehr Luftporen als Steinsubstanz.

Zur Erreichung des Höchstdichtigkeitsgrades sollen diese Poren langsam unter Einwirkung der Flussmittel angefüllt werden, aus welcher Ursache die kolossale Zunahme des Raumgewichtes von 1,22 auf 2,13 sich erklären lässt.

In Zusammenhang mit dem Verhältnis zwischen Kalk- und Eisengehalten tritt auch bei dieser Tonart eine plötzliche Sinterung ein und umfasst der Sinterungstrajekt im ganzen nur 100° C.

Namentlich eine solche Tonart soll man äusserst vorsichtig und langsam sintern, damit in der kritischen Temperatur von rund 1100° C. ein genügend dichter Brand entsteht.

Mit welchem einem ausserordentlichen Schwinden dies verbunden ist, lässt sich aus der Schaulinie der linearen Ausdehnung schliessen.

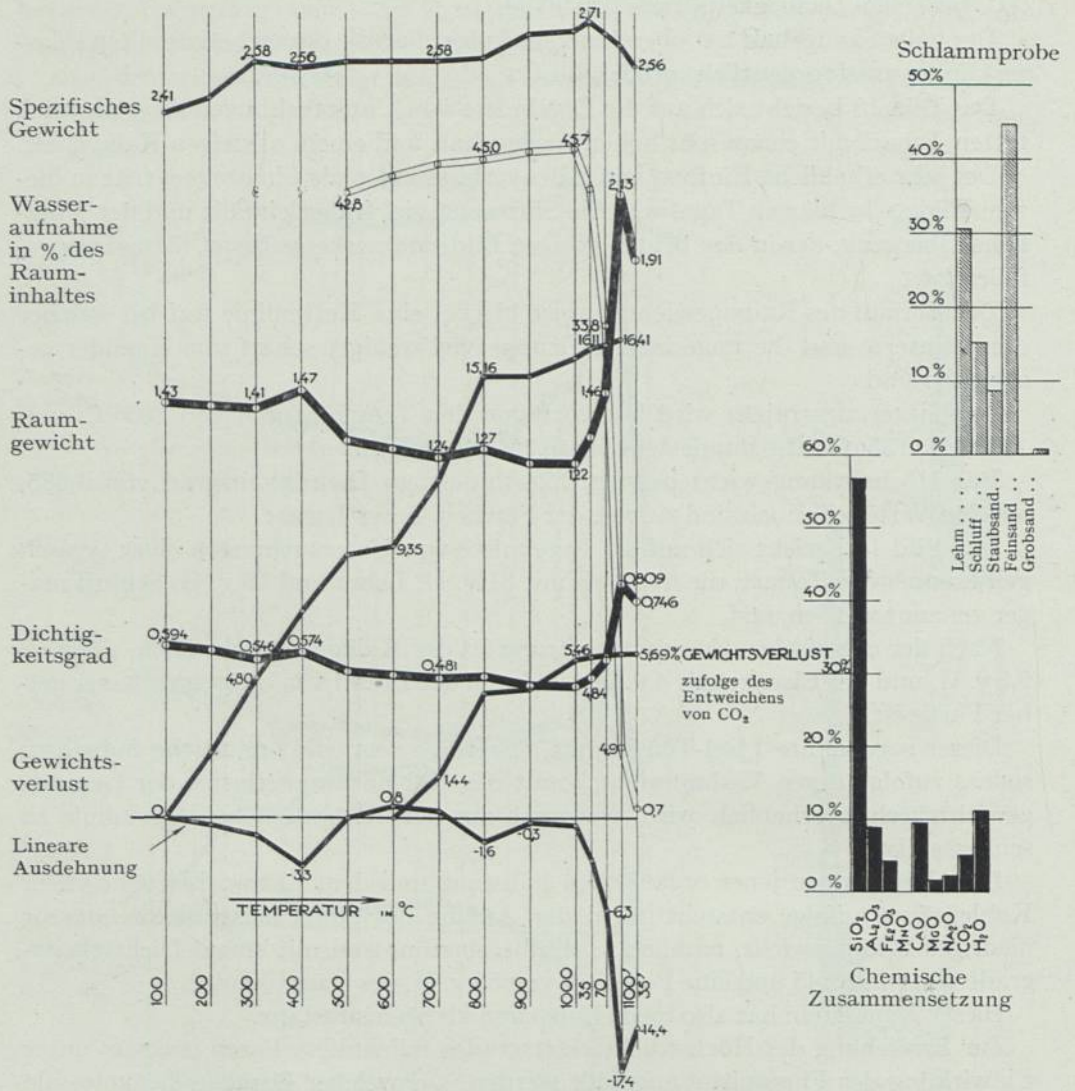


ABB. 14. Schaulinien des Brennvorganges eines kalkreichen Tones

DISKUSSION

Dr. Ing. KALLAUNER, Brünn

Zu den Ausführungen des Redners führe ich nur folgende wahrscheinliche Erklärungen für die Bildung des Aufblähens von Ziegeln an:

Aus den Analysen der holländischen Tone ist klar, dass es sich hier um kalkhaltige Tone handelt. Es wurde bei den Analysen nicht angegeben, ob die Tone vielleicht auch Sulfate enthalten. Eben diese Sulfate spielen hier eine grosse Rolle. Es ist dabei nicht unbedingt nötig, dass die Tone schon primär die Sulfate enthalten; diese Sulfate bilden sich auch erst beim Brennen kalkhaltiger Tone, wenn das Schwefeloxyd in Gasen enthalten ist. Es entsteht dann Calciumsulfat, welches sich in der Glut in Kalk- und Schwefeloxyd spaltet. Wenn dabei die Oberfläche der Ziegel schon dicht ist, bläht das Gas die Ziegel auf.

VORSCHLÄGE ZU EINIGEN EINHEITL. KERAM. UNTERSUCHUNGSMETHODEN

von

PROF. DR. ING. O. KALLAUNER

Leiter der Staatl. Forschungsanstalt für Silikatindustrie. Brno (Brünn) Tschécoslovakai

a) VORSCHLAG ZUR SCHNELLER BESTIMMUNG DER SCHÄDLICHKEIT VON KALKKNOLLEN IN GEBRANNTER ZIEGELWARE

In der Ziegelei-praxis ist die schädliche Wirkung von griesigen und stückigen Kalksteinknollen in den Tonen sehr gut bekannt. Beim Brennen von Erzeugnissen aus solchen Tonen, entstehen bei der Luftlagerung Absplitterungen, Risse und in manchen Fällen zerfällt auch die Waare. Die Erscheinungen sind verursacht durch folgende chemische Prozesse:

„Das Calciumkarbonat, welches der Hauptbestandteil von Kalksteinknollen ist, zersetzt sich in der Glut im Calciumoxyd: $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$.

Das Calciumoxyd wird durch die Einwirkung von Wasserdampf, welcher immer in der Luft anwesend ist, in das Calciumhydroxyd verwandelt: $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} = \text{Ca}(\text{OH})_2$.

Diese Reaktion verläuft unter beträchtlicher Volumvergrößerung des Calciumoxydes, wodurch ein Druck ausgeübt wird, durch welchen der Zusammenhang des Materials gestört wird.“

Wenn die Kalkkörner in den Erzeugnissen enthalten sind, werden oft die Laboren ersucht, festzustellen, in welchem Masse diese Kalkkörner schädlich sein könnten.

Die Schädlichkeit von Kalkkörnern wird am zweckmässigsten durch ein Verfahren bestimmt, welches am besten der Verwendung von Erzeugnissen in der Praxis entspricht d. i. ; man lässt die zu prüfende Erzeugnisse längere Zeit frei an der Luft liegen. Wenn dabei Absplitterungen, Risse entstehen oder die Waare zerfällt, weiters, wenn sich der ursprünglich helle Klang in einen dumpfen oder klappernden ändert, ist damit bewiesen, dass durch das Kalktreiben der Zusammenhang des Materiales gelockert oder zerstört wurde. Damit ist der Beweis der Schädlichkeit von Kalkkörnern erbracht.

Dieses Verfahren nimmt sehr oft eine längere Zeit in Anspruch. In unserer An-

stalt haben wir festgestellt, dass sich dieses Verfahren durch die Lagerung der Versuchskörper im geschlossenen Raume über dem Wasserspiegel beschleunigen lässt. Für schnelle informative Untersuchungen hat sich sehr gut noch ein schnelleres Verfahren bewährt, bei welchem die Erzeugnisse der Einwirkung des heissen gesättigten Wasserdampfes im geschlossenen Raume ausgesetzt werden. Bevor wir dieses Verfahren allgemein zur Feststellung der Schädlichkeit von Kalkkörnern in unserer Anstalt einführten, prüften wir systematisch die Unterschiede in den Resultaten verschiedener, eben besprochener Verfahren bei verschiedenen Korngrössen des Kalkes.

Zu diesem Zwecke wurde aus einem typisch feinen kalklosen Lehm allein, sowie auch in Gemischen mit 3 u. 10 % Kalksteinkörnchen, welche verschiedene Grösse hatten (0,1—0,2; —0,2—0,4; 0,4—0,8; 0,8—2,6 mm.) Versuchskörper hergestellt, welche nach dem Austrocknen beim 010,05 u. 1S.K. gebrannt wurden. Noch warme Versuchskörper wurden in einen geschlossenen grossen Exikator gebracht und hier bis zum völligem Erkalten aufbewahrt. Ein Teil von ihnen wurde dann frei an der Luft eines trockenen Raumes gelassen, ein anderer Teil im geschlossenen kleinen Raume über Wasser und endlich der letzte Teil in einen mit Deckel versehenen Topf auf einen Fehlboden gelegt unter welchem das Wasser mässig siedete. Man beobachtete dann das Verhalten der Versuchskörper. Die Resultate dieser Versuche sind in unseren Berichten Jahrgang 1926 Seite 187 veröffentlicht. Vom Prüfungsstandpunkte wurde hauptsächlich folgendes festgestellt:

„Die Schädlichkeit der Kalkkörner von denselben bestimmten Körnungen in gebrannten Versuchskörpern wurde qualitativ durch alle besprochene Arbeitsgänge identisch bewiesen. Die Resultate unterscheiden sich nur hauptsächlich durch die verschiedenlange Dauer und durch die Wirkung. Schnellste und markanteste Resultate gibt die Prüfung im gesättigten Wasserdampfe, welche sich auch als strengste Prüfung zeigte. Der Reihe nach kommt die Prüfung über Wasser und freier Aufbewahrung an der Luft des Arbeitsraumes.

Die Versuchsergebnisse sowie andere Erfahrungen unserer Anstalt führten zur Ausarbeitung folgendes Vorschlages zur schnellen Feststellung der Schädlichkeit von Kalkknollen in der Ziegelwaare:

„5 Stück Ziegelwaren (Ziegel, Dachziegel, Drainröhren etc.) werden auf den Fehlboden oder Rost eines mit einem Deckel versehenen Gefässes gelegt. Unter dem Fehlboden oder Rost befindet sich Wasser, welches durch Erwärmen im Laufe einer Stunde zu mässigem Sieden gebracht wird. Dann wird das Wasser noch eine Stunde siedend erhalten. Nach weiteren vier Stunden wird der Deckel vom Gefässe abgenommen und die zu prüfenden Stücke untersucht.

Wenn die Ziegelwaren Kalkknollen enthalten, so kann man diese dann als unschädlich betrachten, wenn bei der eben beschriebenen Probe an den geprüften Stücken keine Absplitterungen, Risse oder andere Defekte sichtbar sind.“

Dieses Verfahren wurde in die Tschechoslovakischen Normen für Dachziegel aufgenommen.

b) VORSCHLAG ZUR PRÜFUNG VON DACHZIEGELN AUF REGENUNDURCHLÄSSIGKEIT

In unserer Anstalt wendeten wir früher zur Prüfung der Wasserdichtigkeit von Dachziegeln, die üblichen Kasten- u. Glaszylinderverfahren, an.

Das Kastenverfahren (Tetmajer, Burchartz, Ludwig, Wawrzynieki u.s.w.) beruht darauf, dass man die einzelnen Dachziegel an den Rändern mit einem senkrechten Rand aus Wachs, Blech, wasserdichtem Papier u. ähnl. Mat. der mit einem geeigneten Kitt gut abgedichtet wird (Wachs, Gyps, schnellerhärtender Zement u.s.w.) versieht und hinein bis zur Höhe 1 cm oder noch höher Wasser giesst. Man beobachtet dann das Verhalten der Unterseite, hauptsächlich ob das Wasser durchgeht, haftende oder abfallende Tropfen sich bilden, zu welcher Zeit etc.

Das Glaszylinderverfahren (Beschlüsse der internat. Konferenzen für Materialprüfung der Technik Berlin 1890, Bruno Kerl, Chemisches Laboratorium für Tonindustrie Berlin, Burchartz, Ludwig, Wawrzynieki etc.) wendet einen bodenlosen Glaszylinder an, welchen man auf einem Bruchstücke des zu prüfenden Dachziegels festkittet und in ihn dann Wasser giesst. Man beobachtet die Schnelligkeit des Versickerns resp. Durchsickerns etc.

Nach mehrjährigen Erfahrungen haben wir erkannt, dass diese Verfahren nicht vollkommen zweckmässig sind.

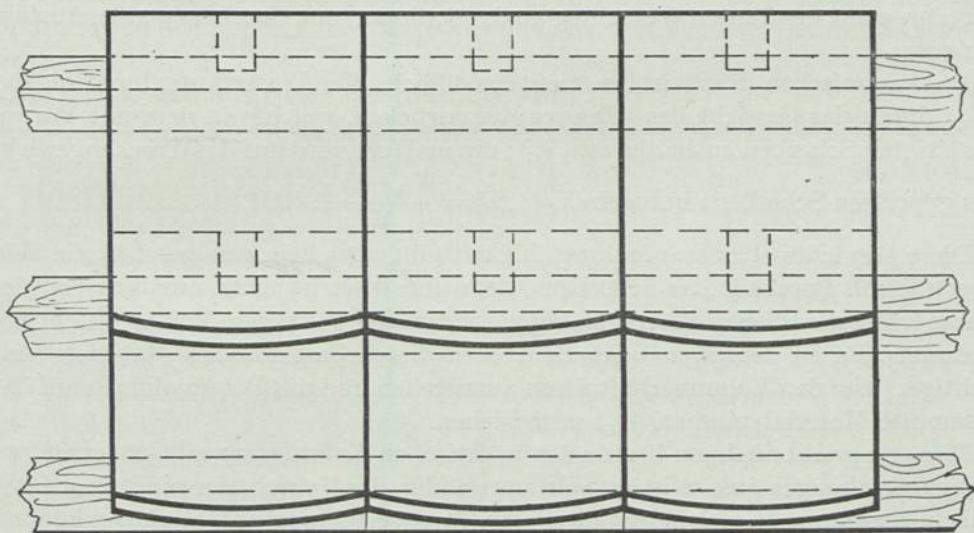
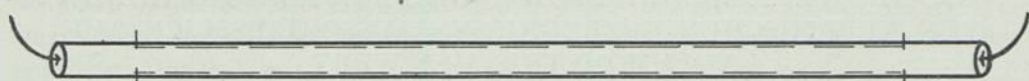
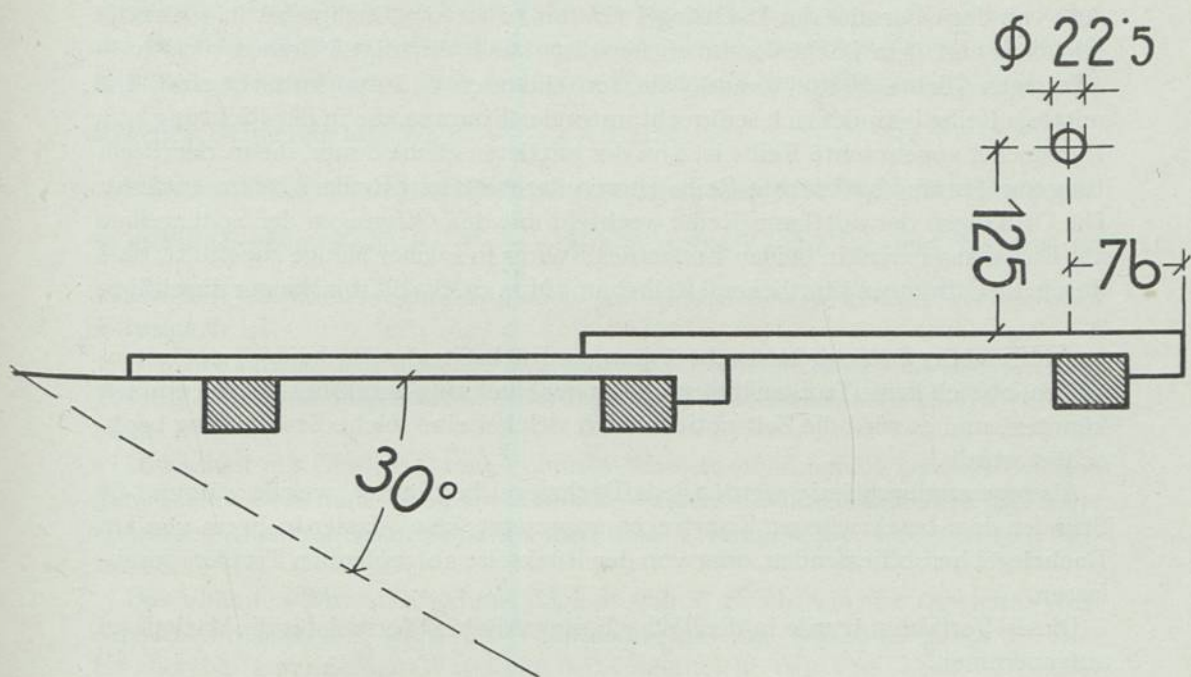
Das erste Verfahren entspricht nämlich nicht genügend den praktischen Verhältnissen, denn in der Praxis steht das Wasser gewöhnlich nicht in höherer Schicht über dem Dachziegel und ausserdem kann man nicht das Verhalten der Fugen, welche grosse Rolle, hauptsächlich bei Falzziegeln spielen, verfolgen.

Das zweite Verfahren hat dieselben Nachteile, welche schon bei dem ersten Verfahren erwähnt wurden, ist aber anders auch unverlässlich und zwar in der Richtung, dass man mit einem Bruchstücke eines Dachziegels erbeitet, welches zufällig von einer gut verarbeiteten, gut gebrannten, keine Fehler (Risse, Hohlräume etc.) aufweisenden Stelle stammen kann, wobei günstige Resultate sich ergeben, obzwar wenn man die Prüfung von Bruchstücken von einer anderer Stelle, von demselben Dachziegel, oder von anderen Versuchstücken vornehmen würde, sich wegen der Fehlerhaftigkeit des Materials ungünstige Resultate ergeben könnten.

Wegen dieser Mängel wenden wir in unserer Anstalt ein anderes Verfahren an.

Zur Ausführung dieses Verfahrens werden 6 Dachziegel in zwei Reihen zu je 3 Stück auf drei Latten gelegt und zwar in der Art eines Daches im Winkel 30° , von der Horizontalebene aus gemessen. Damit das Wasser während der Prüfung nicht über die Seitenränder des Daches fließen könne, werden an diesen Rändern dünne Eisenblechstreifen mittels Blei-Glycerinkittes befestigt. Bei gewöhnlichen, sowie bei anderen falzlosen Dachziegeln, bei welchen das Wasser durch die Fugen fließen könnte, werden unter die Fugen Holzspäne unterlegt und die Fugen mit dem gleichen Kite gedichtet.

Über der oberen Reihe der Dachziegel befindet sich ein wagerechtes, mit dem Dachgiebel parallel laufendes Messingrohr von der lichten Weite 22,5 mm., dessen



Axe von der Oberseite der Dachziegel 125 mm, und vom Dachgiebel in paralleler Richtung mit dem Dache 76 mm entfernt ist. Das Rohr trägt 3 Reihen von Rundöffnungen (lichte Weite 1 mm), die von einander 13,3 mm entfernt sind. Die mittlere Reihe befindet sich senkrecht unter der Rohraxe, die in der Richtung zum Dachgiebel angebrachte Reihe ist von der mittleren Reihe 5 mm, die in der Richtung zur Traufe angebrachte Reihe ist von der mittleren Reihe 7,5 mm entfernt. Die Öffnungen der mittleren Reihe wechseln mit den Öffnungen der Seitenreihen ab. Das Wasser wird in beiden Enden des Rohres in solcher Menge zugeführt, dass durch die Öffnungen sämtlicher 3 Reihen in 1 Min. ca. 5—6 Liter Wasser durchfließen.

Während der Prüfung beobachtet man die Rückseite der Dachziegel, um festzustellen, ob sich keine Tropfen bilden, die an der Rückseite herabfließen oder tropfen könnten, und es wird die Zeit notiert, nach welcher eine solche Erscheinung beobachtet wurde.

Als regenundurchlässig werden jene Dachziegel betrachtet, welche während 24 Stunden dem beschriebenen Kunstregen ausgesetzt, kein Wasser in Form von am Dachziegel herabfließenden, oder von der Rückseite abtropfenden Tropfen durchlassen.

Dieses Verfahren wurde in die Tschechoslovakischen Normen für die Dachziegel aufgenommen.

c) VORSCHLAG ZUR BEZIEHUNG DER WASSERAUFNAHMEFÄHIGKEIT VON KERAMISCHEN ERZEUGNISSEN AUSSCHLIESSLICH AUF VOLUMOMETRISCHEN WERT

In unserer Anstalt befasste sich Doc. Dr. Ing. Josef Matějka mit den Unterlagen für den eben erwähnten Vorschlag und begründet ihn durch folgende Ausführungen:

Im keramischen Fach ist es meistens üblich, die Wasseraufnahmefähigkeit (N_G) durch das Gewicht des Wassers auszudrücken, welches in dem mit Wasser gesättigten Scherben enthalten ist (V_G); dieser Wert wird auf das Trockengewicht des geprüften Scherbens bezogen (V_T); $N_G = \frac{V_G - V_T}{V_T} \cdot 100 \%$.

Diese Gewichts-Wasseraufnahmefähigkeit gibt aber kein genügend klares Bild über die rel. Porosität des Scherbens, denn ihr Wert ist nicht nur bloß von der Raumgröße der offenen Poren abhängig, sondern auch von dem Volumgewicht des Materials. Es ist deswegen beim Beurteilen dieser Porosität des Materials weit richtiger, von den Volumverhältnissen auszugehen und das Porenvolumen auf das gesammte Materialvolumen (O_G) zu beziehen.

Dies entspricht auch am besten den praktischen Anforderungen. Geht man von Volumbeziehungen aus, so ist es nicht notwendig, das Gewicht des geprüften Materials in Erwägung zu ziehen und die Porositäten verschiedener Materialien können leicht verglichen werden. Aus diesem Grunde empfiehlt es sich, die Wasseraufnah-

mefähigkeit einheitlich durch den Volumenwert bei keramischer und auch sonstiger, ähnlicher Ware an Stelle der meistens üblichen Gewichts-Wasseraufnahmefähigkeit auszudrücken. Die Volumen-Wasseraufnahmefähigkeit (N_V) drückt folgende Beziehung aus: $N_V = \frac{V_G - V_T}{O_G} \cdot 100 \%$.

Wird zur Sättigung des Scherbens eine andere Flüssigkeit als Wasser verwendet, so gilt die Beziehung: $N_V = \frac{V_K - V_T}{s \cdot O_G} \cdot 100\%$ wobei V_K das Gewicht des mit der Flüssigkeit gesättigten Scherbens und s das spezifische Gewicht der verwendeten Flüssigkeit ist.

Die Zweckmässigkeit des eben angeführten Vorschlages wird vom Doc. Dr. Ing. Josef Matějka mit folgenden Ausführungen und Zahlungsmateriale ganz klar gestellt:

„Zwischen der Gewichts- und Volumen-Wasseraufnahmefähigkeit besteht eine ganz genaue Beziehung, denn die Volumen-Wasseraufnahmefähigkeit ist gleich der Gewichts-Wasseraufnahmefähigkeit mal dem Volumgewicht des geprüften Materials.

Die Volumen-Wasseraufnahmefähigkeit würde gleich sein der Gewichts-Wasseraufnahmefähigkeit, wäre das Volumgewicht des Materials gleich 1. Dies ist aber bei keramischen Waren in der Regel nicht der Fall, denn es bewegt sich das Volumgewicht meistens in den Grenzen 1,5—2,5. Infolgedessen ist die Volumen-Wasseraufnahmefähigkeit in der Regel bedeutend grösser als die Gewicht-Wasseraufnahmefähigkeit und zwar um so grösser, als das Volumgewicht des geprüften Materials ist.

Führen wir deshalb den Zusammenhang der offenen Poren des Scherbens mit der Gewicht-Wasseraufnahmefähigkeit an, so haben wir infolgedessen einen falschen Eindruck von der Porosität des Materials und der vorteilhaften Dichte des Scherbens.

Als Beweis sind hier einige Beispiele angeführt:

Nr.	Gepürfter Stoff:	N_G %	N_V %	Volumgewicht:
1	Steinzeugscherben I	3,4	7,6	2,25
2	„ II	4,7	10,1	2,34
3	„ III	6,1	13,5	2,22
4	Scherben eines Dachziegels	12,6	23,7	1,88
5	Gewöhnlicher Ziegel	19,6	37,6	1,90
6	„ „	21,7	36,1	1,66
7	Gebrannter Mergel	24,9	37,3	1,50
8	Gebrannter Kaolin	32,9	47,2	1,43

Wie aus diesen Beispielen hervorgeht sind die Unterschiede zwischen Werten von N_G und N_V sehr beträchtlich und um so grösser, je grösser das Volumgewicht ist. Aus der Tabelle ist weiters zu ersehen, dass die Anwendung der Volumen-Wasseraufnahmefähigkeit viel vorteilhafter ist und ausserdem die Vergleichung der Porosität verschiedener Scherben ermöglicht, wenn wir nur die Räume der offenen Poren in Betracht ziehen. So sehen wir z.B., dass der Scherben aus gebranntem Mergel (Versuch 7) weniger porös ist (d.h. dass der Porenraum geringer ist) als der Scherben von dem gewöhnlichen gebrannten Ziegel (Versuch 5), obwohl die Gewicht-Wasseraufnahmefähigkeit des Scherbens aus gebranntem Mergel grösser ist, als die Gewicht-Wasseraufnahmefähigkeit des Scherbens vom gewöhnlichen Ziegel. Und gerade von diesem Prozentgehalt an Porenraum in Bezug auf den Rauminhalt des Scherbens hängen in bedeutendem Masse (wenn wir von der Gestalt der Poren absehen) einige wichtige technische Eigenschaften ab.

Interessant ist auch der Vergleich bei den Steinzeugscherben, wo uns die Volumen-Wasseraufnahmefähigkeit zeigt, dass der Porenraum auch bei verhältnismässig dichten Erzeugnissen weit bedeutender ist, als wir aus der Gewicht-Wasseraufnahmefähigkeit auf den ersten Blick beurteilen können.

d) VORSCHLAG ZUR BESTIMMUNG VON WASSERLÖSLICHEN FESTEN STOFFEN IN KERAMISCHEN ERDEN.

Zur Bestimmung von wasserlöslichen festen Stoffen in keramischen Erden ist eine Anzahl von quantitativen Verfahren vorgeschlagen und verwendet worden, welche entweder nur die Bestimmung von $SO_4^{''}$ Anion, oder auch die Kationen: $Mg^{''}$, $K^{'}$ und $Na^{'}$ und schliesslich auch die Gesamtmenge der löslichen Stoffe berücksichtigen.

Für die Bestimmung von $SO_4^{''}$ bestehen 2 Verfahren vom *Chemischen Laboratorium für Tonindustrie Seger-Cramer in Berlin*.

Das erste Verfahren 1) a), welches hauptsächlich für die Praxis bestimmt ist, wendet eine 1 % Lösung von $BaCl_2$ an, welche in einer stufenweise-vergrösserten Menge, zu derselben Menge von Erde, die sich in mehreren Flaschen befindet, zugesetzt wird. Nach dem Durchschütteln lässt man das Gemisch sedimentieren, wobei die Sedimentation durch Zugabe von Kalk befördert wird. In der Lösung, welche man noch filtriert, wird durch H_2SO_4 kontrolliert, welche Menge von $BaCl_2$ nötig war, um alles in der Erde enthaltene $SO_4^{''}$ zu binden.

Nach dem zweiten Verfahren 1) b) wird die Probe mit Wasser digeriert, ein Teil der geklärten Lösung durch HCl versetzt und mit NH_3 gefällt. Der Niederschlag wird abfiltriert und im Filtrate- $SO_4^{''}$ als $BaSO_4$ bestimmt.

Fast ähnlich arbeitet auch *Kreiling* 1) c).

Für die Bestimmung vom $Mg^{''}$, $K^{'}$ u. $Na^{'}$ ist hauptsächlich wieder das Verfahren des *Chemischen Laboratoriums für Tonindustrie Seger-Cramer in Berlin* 2) a) bekannt. Nach diesem Verfahren wird die Erde mit Wasser digeriert und die Lösung durch stehen geklärt. Im Falle dass die Klärung längere Zeit in Anspruch nimmt, wird

ein Teil der Lösung abfiltriert, abgeraucht und der Rückstand schwach geglüht, wonach Wasser zugesetzt und die neue Lösung filtriert wird. Zu dem Filtrate setzt man dann ein wenig Schwefelsäure, Ammoniumacetat und Oxalsäure zu. Der entstehende kalkhaltige Niederschlag wird abfiltriert und in der Lösung nach dem Abrauchen und verjagen der Ammoniumsalze die Menge von MgSO_4 , K_2SO_4 u. Na_2SO_4 bestimmt. $\text{Mg}^{\cdot\cdot}$ wird dann durch HgO-Verfahren von K_2SO_4 und Na_2SO_4 und K' als K_2PtCl_6 vom Na' getrennt.

Für die Bestimmung von $\text{Ca}^{\cdot\cdot}$, $\text{Mg}^{\cdot\cdot}$, K' und Na' weist Ludwig 2) b) auf die Möglichkeit der Verwendung vom Kreiling'schen Verfahren auch zur Bestimmung dieser Bestandteile hin, wobei zwecks Erzielung einer klaren Lösung Kalkwasser zugesetzt werden soll, welches dann durch CO_2 aussaturiert wird. Das entstehende Calciumcarbonat soll dabei die feine Suspension niederschlagen und die Lösung klären.

Zur Bestimmung aller löslichen festen Stoffe in keramischen Erden empfiehlt Bollenbach eine Extraktion mit heissem Wasser und Trennung der Lösung von den festen unlöslichen Stoffen durch Filtration mittels des Pukall'schen Filters. Die Extraktion und Filtration soll man zweimal durchführen.

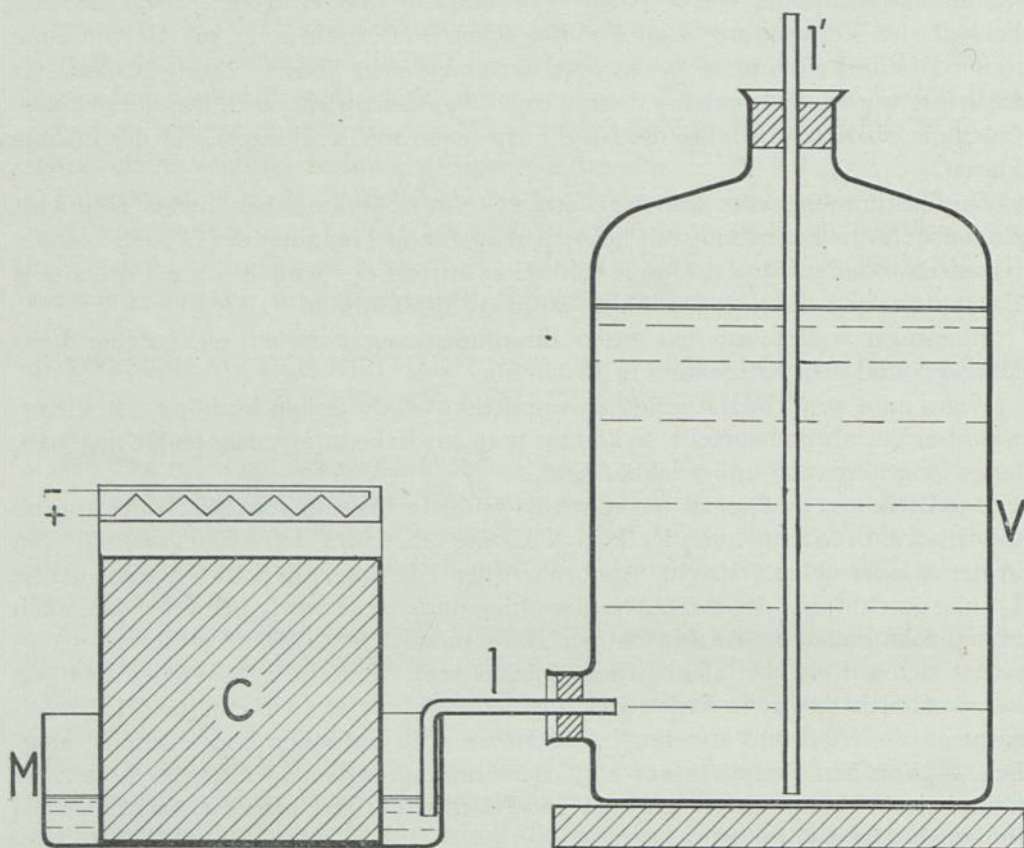
Bleininger weist auf den guten Zusammenhang zwischen elektrischer Leitfähigkeit und dem Salzgehalte in Erden hin.

Wenn man vom theoretischen und praktisch-analytischen Standpunkte die erwähnten Verfahren beurteilt, so kommt man zur Erkenntnis, dass einige ungenau, langwierig und auch unbrauchbar sind.

Das Verfahren ad 1) a) ist wegen stufenweiser Indikation vom $\text{SO}_4^{\cdot\cdot}$ Ion nur grob informativ. Die Zugabe von Kalk zur Klärung führt zum Mitreissen vom $\text{SO}_4^{\cdot\cdot}$ -Ion in den Niederschlag (Hirsch). Auch nach der Klärung mit Kalk ist sehr oft die Lösung getrübt und der BaSO_4 -Niederschlag unsicher. Ludwig bemerkt, dass auch in manchen Fällen die Adsorption von BaCl_2 möglich ist. — Das Verfahren ad 1) b) stützt sich auf ein, bei allen Erden gleiches spez. Gewicht 2,6, welches aber wie bekannt, nicht bei allen Erden gleich ist. Ausserdem ist auch eine merkliche Adsorption von $\text{SO}_4^{\cdot\cdot}$ und anderen Ionen im ammoniakalischen Niederschlage möglich. — Von den Verfahren zur $\text{SO}_4^{\cdot\cdot}$ -Bestimmung ist das ad 1) c) das beste. Die komplizierte Manipulation, sowie die zur Klärung nötige lange Zeit, wirkt aber bei ihm auch sehr nachteilig.

Das Verfahren ad 2) a) leidet an zu langer Sedimentationszeit. Das Bestreben, mittels Abrauchen und schwachen Glühen die lange Sedimentation zu umgehen, kann zur Folge haben, dass manche lösliche Stoffe teilweise in schwerlösliche übergehen können (z.B. MgCl_2 in MgO) und der Schwefel des feinen Pyrites welcher in manchen Erden vorkommt in lösliche Sulfate. Anders ist die Trennung von $\text{Mg}^{\cdot\cdot}$, K' und Na' nur bei den halogenhaltigen Magnesiumverbindungen möglich (Köninck) und dabei ist noch nötig, wie ich schon vor mehreren Jahren in der Chemiker-Zeitung referierte, einen bestimmten Gang einzuhalten. — Das Verfahren ad 2) b) ist, was die Bestimmung vom $\text{Ca}^{\cdot\cdot}$ anbetrifft, ganz unbrauchbar. Ausserdem können in das Calciumcarbonat verschiedene lösliche Stoffe teilweise übergehen.

In unserer Anstalt wurde die Mehrzahl der besprochenen Methoden durch eine Reihe von Experimenten kontrolliert. Die Resultate veröffentlichten wir in den Berichten unserer Anstalt v. I. 1926 S. 214—242. Es hat sich gezeigt, dass alle Verfahren, welche bloss mit Sedimentation zwecks Abtrennung der Lösungen von den festen Bestandteilen arbeiten, eine sehr lange Zeit erfordern. Manchmal sind die Lösungen auch nach mehreren Wochen noch getrübt. Zahlenmässig geben diese Verfahren zu hohe Werte, weil bei Ihnen gleichzeitig ein Teil der unlöslichen Stoff-

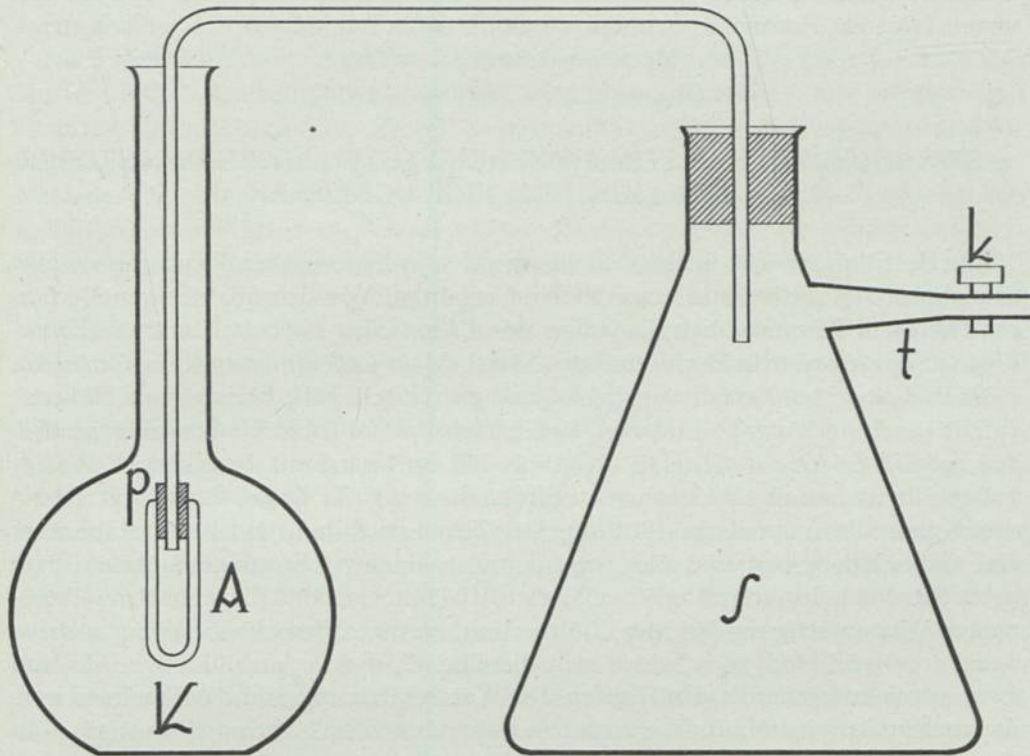


fe bestimmt wird. Sedimentation lässt sich zwar durch Zusatz von Elektrolyten beschleunigen, aber es ist dabei auch hier schwer, vollkommen klare Lösungen zu bekommen. — Sehr gut eignet sich aber zur schnellen Trennung der löslichen Stoffe von den unlöslichen, die Filtration mittels Pukall'schen Filters, Berkefeld-Kerze u. a. Mat., wobei sich auch richtige Resultate ergeben. — Das Verfahren der Messung der elektrischen Leitfähigkeit hat nur einen informativen Wert und bietet keine Garantie für die richtigen Werte.

Das Zahlenmaterial, sowie die Erfahrungen führten uns zur Festlegung eines Arbeitsganges, welcher eine schnelle und richtige Bestimmung von festen löslichen

Stoffen in keramischen Erden ermöglicht. Dieser Arbeitsgang welcher sich teilweise an die Bollenbach'sche Methode stützt ist folgender:

„25 g einer Durchschnittsprobe der ker. Erde, die bei 105—110° C. getrocknet wurde, wird mit etwa 300 cm³ destilliertem Wasser in einer Porzellanschale gekocht und dann in ein Messgefäß von 500 cm³ gegossen. Nach dem Abkühlen des Messkolbens im Wasser wird der Inhalt mit destilliertem Wasser bis zur Messmarke nachgefüllt, gut durchgeschüttelt und dann der Kolben 15 Minuten stehen gelassen. Durch den Hals des Kolbens wird nun etwa bis unter die Hälfte des Gefäßes eine



Berkefeldfiltrierkerze geschoben, in welche mittels einer Kautschukverbindung ein Glasröhrchen eingreift, das in ein Sammelgefäß zum Auffangen des Filtrates führt. Dieses geschlossene Gefäß steht mittels eines mit einem Hahn versehenen Glasröhrchens mit einer Wasserstrahlluftpumpe in Verbindung. Nach dem Einschieben der Filtrierkerze wird das Sammelgefäß rasch mittels der Wasserstrahlluftpumpe evakuiert und der Hahn gesperrt. Nun beginnt die Filtration. Sobald sich in dem Sammelgefäß über 200 cm³ des Filtrates gesammelt haben, wird die Filtration unterbrochen und von dem Filtrate zweimal je 100 cm³ in eine abgewogene Platinschale (v_1) abpipettiert und auf dem Wasserbade verdampft. Der Rückstand wird bei 105—115° C. getrocknet und die Platinschale nach 20 minütigem Stehenlassen im Exsikkator rasch abgewogen (v_2), worauf die Schale bei 400—450° C. 30 Minuten

lang geglüht, und nach der Abkühlung im Exsikkator wiederum gewogen wird (v_3). Die Menge der gelösten Stoffe ergibt sich aus folgender Gleichung:

$$M_{110}^{\circ} \text{ c.} = 0,4 \left[20 - \frac{1}{s} \right] \cdot [v_2 - v_1] \text{ \%}$$

$$M_{400-450}^{\circ} \text{ c} = 0,4 \left[20 - \frac{1}{s} \right] \cdot [v_3 - v_1] \text{ \%}$$

s bedeutet das spez. Gewicht der Erde das zur genauen Bestimmung der lösl. Stoffe vorher festzustellen ist. Für die rein technische Bestimmung genügt für den grössten Teil der Fälle für $s = 2,5$ einzusetzen, wodurch die angeführten Gleichungen folgende Formen annehmen:

$$M_{110}^{\circ} \text{ c} = 7,84 (v_2 - v_1) \text{ \%}$$

$$M_{400-450}^{\circ} \text{ c} = 7,84 (v_3 - v_1) \text{ \%}$$

e) VORSCHLAG ZUR BESTIMMUNG DER FESTEN LÖSLICHEN STOFFE IN KERAMISCHEN ERZEUGNISSEN

Zur Bestimmung von festen löslichen Stoffen in keramischen Erzeugnissen gibt es mehrere qualitative und quantitative Verfahren. Von den qualitativen Verfahren führe ich hauptsächlich dasjenige des *Chemischen Laboratoriums für Tonindustrie Seger-Cramer* in Berlin und des *Staatl. Materialprüfungsamtes in Berlin* an.

Nach dem ersten Verfahren wird folgend gearbeitet: Eine Flasche vom 500 cm^3 . Inhalt (nach der Angabe in *Lunge-Berl.: Chemischtechnische Untersuchungsmethoden 1922 II-Ludwig* — Seite 751—200 bis 300 cm^3) wird mit destilliertem Wasser vollgefüllt und an das Wasserniveau direkt der geprüfte Ziegel flachgelegt. Dann dreht man alles schnell um 180° um. Der Ziegel wird dann auf 2 Glasstäbe über eine Glasschale gelegt und alles wird dann an einen vor Staub geschützten Platz gebracht. Nach der ursprünglichen Vorschrift lässt man den Ziegel nach vollkommener Wassersättigung bei der Zimmertemperatur austrocknen. Wenn lösliche Salze anwesend sind, so scheiden sich dieselbe als weisse Ausblühungen aus und zwar am sichtbarsten an den Kanten. Die Wassersättigung und das Trocknen werden mehrmals wiederholt. Wenn das Wasser vom Ziegel abtropft, so wird es in der Schale aufgefangen und die in ihm gelösten Salze werden nach der Wasserverdampfung sichtbar.

Das Verfahren des *Staatl. Materialprüfungsamtes in Gross-Lichterfelde-Berlin* ist grundsätzlich mit dem eben angeführten Verfahren fast identisch und unterscheidet sich von dem früher erwähnten Verfahren nur in dem, dass es nur mit Ziegelhälften arbeitet und dass es dabei anstatt einer Flasche einen bodenlosen aufgekitteten Glaszylinder verwendet.

Von den quantitativen Verfahren ist hauptsächlich das Verfahren nach den *Beschlüssen der Intern. Konferenzen für Materialprüfungen der Technik*, des *Chemischen Laboratoriums für Tonindustrie in Berlin* und des *Staatl. Materialprüfungsamtes in Gross-Lichterfelde-Berlin* zu erwähnen.

Nach dem Verfahren der *Intern. Konferenzen* werden 5 schwach gebrannte Stei-

ne in drei Richtungen zerteilt. Aus 8, in dieser Weise erhaltenen Stücken werden die Ecken abgetrennt, welche gegen die Mitte der Steine ragen. Die Ecken werden fein zerrieben und das Pulver durch die Siebe von 900 Maschen/cm² und 4900 Maschen/cm² sortiert. Aus dem Anteile, welcher durch das erste Sieb durchgeht und auf dem zweiten Siebe liegen bleibt werden 25 g. abgewogen und 1 Stunde mit 250 cm³ destilliertem Wasser gekocht, wobei die verdampfte Wassermenge durch frisches Wasser ersetzt wird. Die Lösung wird dann abfiltriert und der Rückstand gewaschen. Die Menge der in die Lösung gelangten Stoffe wird durch Abrauchen der Lösung, schwaches Glühen und Wägen des Rückstandes bestimmt. Es wird anempfohlen, den Rückstand näher zu analysieren.

Nach dem Verfahren des *Chemischen Laboratoriums für Tonindustrie* wird das Muster ähnlich wie beim ebenerwähnten Verfahren vorbereitet, nur wendet man anstatt schwachgebrannter Ziegel Durchschnittsmuster von Ziegeln an und arbeitet dann anstatt mit 25 g. und 250 cm³ Wasser, mit 50 g. und 500 cm³ Wasser. Nach der Digestion wird alles in einen Literkolben gebracht, der Kolben nach dem Erkalten mit destilliertem Wasser bis zur Marke aufgefüllt, der Inhalt durchgeschüttelt und dann stehen gelassen. Nach der Sedimentation des Schlammes werden 500 cm³ der Flüssigkeit abgezogen und filtriert. Es wird angegeben, dass die Sedimentation 5, 6 Tage und noch mehr in Anspruch nimmt. Sie lässt sich beschleunigen durch einen Zusatz von chem. reinem Aluminiumhydroxyd, wonach man die Flüssigkeit aufkocht. Die Menge der löslichen Stoffe wird in der filtrierten Lösung ähnlich bestimmt, wie bei dem ersten Verfahren.

Das Verfahren des *Staatl. Materialprüfungsamtes* in Berlin berücksichtigt entweder die Bestimmung der Gesamtmenge von löslichen Salzen oder nur von leichtlöslichen schädlichen Salzen. Im ersten Falle entnimmt man aus dem Innere von 10 Ziegeln mehrere Stücke, welche man in solcher Weise zermahlt, dass alles durch ein Sieb von 600 Maschen/cm² durchgeht. 50 g. des so gewonnenen Pulvers werden 1 Stunde in einem Literkolben mit 700 cm³ Wasser gekocht. Nach dem Abkühlen der Lösung und Sedimentierung der Trübe, wird die Hälfte der Flüssigkeit abgetrennt und zu ihr salzfreier Aluminiumhydroxydbrei zugesetzt, wonach filtriert wird. Durch Abrauchen der Lösung, schwaches Glühen und Wägen des Rückstandes wird die Gesamtmenge der löslichen Stoffe bestimmt.

Im zweiten Falle werden 200 g. des Pulvers in einem Literkolben mit ca. $\frac{3}{4}$ l. destilliertem Wasser unter öfterem Durchschütteln 1 Stunde lang erhitzt. Nach dem Erkalten lässt man die Suspension absetzen, 460 cm³ des Filtrates werden auf ein kleines Volum eingengt und Calcium nach dem üblichen Verfahren mit Ammoniumoxalat gefällt und abfiltriert. Das Filtrat welches leicht lösliche Salze enthält, wird zur Trockene abgedampft und der Rückstand nach dem Verjagen der Ammoniumsalze gewogen.

Vom theoretischen und praktisch-analytischen Standpunkte kann man die erwähnten Verfahren folgend beurteilen:

„Das qualitative Verfahren des Chemischen Laboratoriums für Tonindustrie ahmt genug die entsprechenden in der Praxis sich ergebenden Verhältnisse nach

und ist auch theoretisch von der qualitativen Seite ebenso als entsprechend anzusehen. Sein Nachteil ist aber der, dass es nach unseren Erfahrungen zu seiner Durchführung einen längeren Zeitraum beansprucht. In der Form wie es in Lunge Berl: Chemisch-technische Untersuchungsmethoden II. 1922 S. 751 beschrieben ist, kann es in der Mehrzahl der Fälle der Untersuchung von Ziegeln, bes. solcher grösseren Formates nicht zu von theoretischer Seite sicheren Ergebnissen führen, denn die Menge von 200—300 cm³ Wasser genügt in der Regel bei weitem nicht zur genügenden Ausfüllung der Poren in den Ziegeln.

Das qualitative Verfahren des Staatl. Materialprüfungsamtes ist von der Seite der Manipulation weniger geeignet als das vorhergehende, denn es erfordert ange kittete Zylinder und schliesst die Möglichkeit der Einführung fremder löslicher Bestandteile einiger Kitten in den Scherben nicht aus.

Das quantitative Verfahren der Beschlüsse von Internationalen Konferenzen ist schon deshalb unrichtig, weil es nicht mit einem Durchschnittsmuster arbeitet und nur Material aus dem Innern des Ziegels verwendet, obzwar die oberflächlichen Schichten grösstenteils reicher an löslichen Stoffen zu sein pflegen. Ausserdem muss von theoretischer Seite auch eingewendet werden, dass, da man gezwungen ist mit der Fraktion zu arbeiten, die zwischen den Sieben von 900 und 4900 Maschen/cm² aufgefangen wird, die die 4900 Maschen/cm² passierende Fraktion reicher an festen löslichen Stoffen sein kann, und zwar deshalb, weil diese grösstenteils bedeutend weicher und gegen Reiben, Mahlen viel weniger widerstandsfähig als das Hauptmaterial des Scherbens sind und infolgedessen auch leichter durch das 4900 Maschen/Sieb durchgehen. Weiters ist nach unseren Untersuchungen der Sedi mentierungsprozess sehr langwierig und gewöhnlich verschwinden die Trübungen der Flüssigkeiten auch nach mehreren Wochen nicht. Ist in den Ziegeln Kalk vorhanden, dann hat das daraus stammende lösliche Kalkhydrat die Möglichkeit in unlösliches Calciumkarbonat überzugehen und so sich der Bestimmung zu entziehen. Auch durch die gewöhnliche Filtration durch Papierfilter kann man die Mehrzahl der Trübungen nicht beseitigen. Es ist noch weiters gegen die Deutung „Schwaches Glühen“ einzuwenden, dass sie unsicher ist.

Das Verfahren des Chemischen Laboratoriums für Tonindustrie ist mit den gleichen Einwänden belastet, was die ausschliessliche Benützung der Fraktion zwischen den Sieben von 900 und 4900 Maschen/cm² anbelangt, wie das vorhergehende Verfahren. Bei Zugabe einer grösseren Menge Aluminiumoxyde bei der Klärung ist die Adsorption merklicher Elektrolytmengen, namentlich des SO₄-Ions nicht ausgeschlossen.

Bei dem Verfahren des Staatl. Materialprüfungsamtes kann man bei Benützung einer grösseren Menge von Aluminiumoxyd zur Klärung mit dem gleichen Einwand rechnen, wie beim vorhergehenden Verfahren."

In unserer Anstalt wurde eine Reihe von Versuchen durchgeführt, welche den Zweck hatten teilweise festzustellen ob die theoretischen Einwände gegenüber einzelnen besprochenen Verfahren berechtigt sind, teilweise neue Wege zu finden zur Ausarbeitung eines zweckmässigen Verfahrens.

In erster Reihe hat sich gezeigt, dass die Mehrzahl von Einwänden gegenüber den bestehenden Verfahren vollkommen berechtigt waren.

In der zweiten Reihe wurde ein neues Verfahren zur qualitativen Bestimmung von löslichen Salzen in keramischen porösen Erzeugnissen ausgearbeitet, welches unverhältnismässig schneller arbeitet, als das Verfahren des chemischen Laboratoriums für Tonindustrie, und ein quantitatives Verfahren zusammengestellt, welches richtig arbeitet und verhältnismässig nur kurze Zeit zur Ausführung braucht.

Diese Verfahren fasse ich hiermit in der Kürze zusammen:

a) Das qualitative Verfahren:

Die Hälfte des Ziegels wird in eine reine flache Porzellanschale gebracht, welche durch ein enges Glasrohr mit einer mit Wasser gefüllten Flasche in Verbindung steht, aus welcher das Wasserniveau in der Porzellanschale durch eine einfache Einrichtung auf gleicher Höhe gehalten wird. Das Wasser steigt durch Kapillarität zu dem oberen Teile des Ziegels, welcher durch die Strahlung einer elektrischen Heizung auf höherer Temperatur gehalten wird. Dadurch erfolgt eine schnelle Verdampfung der Lösung und Ausscheidung der Ausblühungen. Die Schnelligkeit des Kapillaranstieges kann man sehr gut noch durch Erwärmung des Wassers in der Porzellanschale beschleunigen.

b) Das quantitative Verfahren:

25 g. des Pulvers, das durch Zerreibung des von verschiedenen Stellen, namentlich von Ecken und Kanten des keramischen Produktes entnommenen Materiales gewonnen wurde, werden durch ein Sieb von 900 Maschen/cm² gesiebt, dann 1 Stunde lang auf dem Wasserbade unter öfterem Durchrühren mit 300 cm³ Wasser in einer Porzellanschale erwärmt, worauf die getrübe Flüssigkeit in einen Messkolben von 500 cm³ Inhalt gegossen wird. Der rest in der Schale wird zweimal nach einander mit etwa 75 cm³ destilliertem, heissen Wasser dekantiert und die Flüssigkeiten auch in den Kolben gebracht. Nach Abkühlung des Kolbens auf die Normaltemperatur wird der Inhalt des Kolbens bis zur Marke mit destilliertem Wasser nachgefüllt, gut durchgeschüttelt und 15 Minuten stehen gelassen. Darauf verfährt man bei der Feststellung der löslichen Stoffe ganz gleich, wie bei der Bestimmung von löslichen Stoffen in keramischen Erden.

f) VORSCHLAG ZUR PRÜFUNG DER SÄUREBESTÄNDIGKEIT KERAMISCHER ERZEUGNISSE

An die keramischen Erzeugnisse werden in der Praxis vielfach bestimmte Anforderungen bezüglich der Beständigkeit gegen Einwirkung von verschiedenen Lösungen, besonders Säuren, gestellt. Dies gilt hauptsächlich für solche keramische Erzeugnisse, die in verschiedenen Zweigen der chemischen und anderen Industrien, in Laboratorien, Apotheken, Krankenhäusern u. a. verwendet werden.

Zur Bestimmung dieser Beständigkeit wurden mehrere Methoden vorgeschlagen, die in 2 Hauptgruppen zusammengefasst werden können und zwar:

die erste Gruppe umfasst die Methoden in Bezug auf Einwirkung von Lösungen

auf die ganzen Probestücke, die zweite Gruppe in Bezug auf zerkleinerte Probestücke.

In der ersten Gruppe gehören hauptsächlich z.B. die Methoden: des Materialprüfungsamtes in Berlin, der Deutschen Steinzeugfabrik in Münsterberg, die von Kämmerer.

In die zweite Gruppe sind einzureihen hauptsächlich die Methoden: von Crämmer, des Chemischen Laboratoriums für Tonindustrie in Berlin, des Materialprüfungsamtes in Berlin, des Laboratoriums der Deutschen Töpfer- und Ziegler-Zeitung und die von Bischof.

Gemeinschaftlich mit Dr. Ing. R. Barta habe ich im Jahre 1921 die erwähnte Methoden einer Durchprüfung unterzogen und sind wir damals zu folgenden Resultaten gekommen:

„Die erwähnten Methoden sind uneinheitlich. Sie bieten nur in einigen Fällen relativ befriedigende Ergebnisse, sonst sind sie teilweise ihrem Zwecke überhaupt nicht entsprechend. Ausserdem liefern alle diese Methoden nur relative Werte, denn sie berücksichtigen nicht die Tatsache, dass ein Teil der durch Säuren aus dem Materiale ausgeschiedenen Kieselsäure in unzersetzbarem Rückstande zurückbleibt, denselben vergrössert und deshalb die Menge des durch Säuren zersetzbaren Anteiles in der Lösung herabsetzt.

Diese Mängel haben uns veranlasst eine neue Methode zur Bestimmung des Einflusses chemischer Agenzien, besonders Säuren auf keramische Erzeugnisse auszuarbeiten, die sich auf die Ergebnisse der in dieser Richtung systematisch durchgeführten Experimente stützen und auch bei parallelen Bestimmungen durch verschiedene Chemiker eine Garantie für praktische hinreichend genaue absolute Werte liefern würde. Auf Grund der nachher durchgeführten Arbeiten, über welche wir im Jahre 1921 in der keramischen Fachzeitschrift: „Sprechsaal“ in Nr. 27 u. 28 näher referierten, gelangten wir zu folgendem Verfahren, dessen Zweckmässigkeit wir neuerdings durch die weiteren Versuche, welche in der Fachzeitschrift „Stavivo“ Jahrgang 1927 Seite 246 veröffentlicht wurden, bestätigten:

Das Pulver eines Durchschnittsmusters des zu prüfenden Materials, welches durch ein Sieb von 900 Maschen/cm² durchgeht, aber auf dem Siebe von 1600 Maschen/cm² zurückbleibt, wird mittels Magneten behandelt, 2 mal je eine halbe Minute mit destilliertem Wasser durchgeschüttelt, um es von oberflächlichem Staube zu befreien, und schliesslich bei 120° C. getrocknet. Von diesem Pulver wird 1 g/v₁ abgewogen und in einen Kolben (ca. 300 cm³) gebracht. Zu dem Pulver setzt man 25 cm³ konz. Schwefelsäure (1,84) hinzu. Der Kolben wird mit einem kurzen Glaskühler versehen, und hierauf die Flüssigkeit allmählich und vorsichtig bis zum Kochen erhitzt (30 Min.) und 1 Stunde in gleichmässigem Kochen erhalten. Dann wird der Kolben auf 5 Minuten von der Flamme weggestellt, der Inhalt äusserlich durch Wasser bis auf normale Temperatur abgekühlt und vorsichtig durch 50 cm³ dest. Wasser verdünnt. Nach neuerlicher Abkühlung wird die Lösung abfiltriert, der Rückstand dreimal mit je 50 cm³ dest. Wasser dekantiert, hierauf 50 cm³ 5% Sodalösung hinzugefügt und der Rückstand mit der Lösung 15 Min. auf einem siedenden Wasserbade erhitzt und alle 5 Min. durchge-

rührt. Es folgt nun die Filtration der Sodalösung und Dekantation des Rückstandes mit 50 cm³ dest. Wasser, die weitere Zugabe von 20 cm³ dest. Wasser, das mit 5 Tropfen Salzsäure (s.g. = 1,18) angesäuert ist, worauf der ganze Inhalt auf einem Filter gespült und der Rückstand mit heissem destillierten Wasser bis zum Verschwinden der Chlorreaktion ausgewaschen wird. Das Filter sammt Pulver wird nun verascht und der Rückstand gewogen (v_2).

Die Säurebeständigkeit wird aus folgender Beziehung errechnet: $K = \frac{v_2}{v_1} \cdot 100$.

Im Falle dass $v_1 = 1$ ist dann $K = v_2 \cdot 100$.

DISKUSSION

Dipl. Ing. SCHLYTER, Stockholm

Ich stelle zu dem Punkte 3 an Herrn Kallauner die Anfrage, ob die vorgeschlagene Wasserdurchlässigkeitsmethode sich auch für andere, als flache Dachziegel, eignet.

Ich werde einige Ergebnisse anführen, welche die Untersuchung von Dachziegeln bei dem Schwedischen Materialprüfungsamt in Stockholm betreffen.

GÜTEBESTIMMUNGEN UND PRÜFUNGSVERFAHREN FÜR DACHZIEGEL

Mauerziegel werden in Schweden nach den Qualitätsbestimmungen für Mauerziegel vom Jahre 1919 übernommen und geprüft. Mitteilung Nr. 2 vom Statens Provningsanstalt (Schwedischen Materialprüfungsamt) enthält diese Bestimmungen und Prüfungsverfahren.

Dachziegel werden nunmehr nach einem Vorschlag zur Gütebestimmung für Dachziegel, ausgearbeitet von einem Ausschuss des Schwedischen Zentralverbands der Ziegelverkaufs-Organisationen und der Schwedischen Ziegelindustrie-Vereinigung (im Einvernehmen mit dem Schwedischen Materialprüfungsamt), geprüft. Ein erster Vorschlag dieser Bestimmungen ist veröffentlicht in der Zeitschrift „Tegel“ 1926. Heft 5. Der jetzt vorliegende Vorschlag ist Gegenstand der Überprüfung durch einen Ausschuss, bestehend aus Mitgliedern verschiedener Interessenten-Vereinigungen und des Materialprüfungsamtes.

Nachstehend einige Eigenschaften, die gewöhnlich für Dachziegel bestimmt werden:

a) allgemeine Eigenschaften, wie Farbe, Brenngrad, Struktur, Dimensionen, Schiefheit, Flächenbeschaffenheit, Gewicht beim Einliefern und nach Trocknung, sowie Raumgewicht.

b) Wasserdurchlässigkeit.

c) Wasseraufsaugung.

d) Frostbeständigkeit.

e) Biegungs- und Stossfestigkeit.

Eine vollständige Untersuchung von Dachziegeln umfasst sämtliche 5 oben genannten Prüfungen.

Vorschlag für die Gütebestimmung von Dachziegeln, ausgearbeitet im Jahre 1926.

Aus dem Vorschlag muss folgendes hervorgehoben werden:

Dachziegelsorten. Die Dachziegel werden eingeteilt in:

- a) einwellige, gefalzte und ungefalzte,
- b) zweiwellige ungefalzte.

Qualität: 1. Sorte.

2. Sorte.

3. Sorte.

Allgemeine Bestimmungen. Die Dachziegel müssen von solcher Grösse sein, dass 1 qm gedeckt wird: bei einwelligen gefalzten durch 14 oder 15 Stück, bei einwelligen ungefalzten durch 13 oder 15 Stück, bei zweiwelligen ungefalzten durch 10, 11, 12 oder 14 Stück. Die Stärke der Ziegel darf nicht 11 mm unterschreiten und nicht 14 mm übersteigen.

Wasseraufsaugung. Dachziegel dürfen während einer Zeit von 24 Stunden höchstens 17 vH vom trocknen Gewichte Wasser aufsaugen, ermittelt bei 10 Dachziegeln.

Wasserdurchlässigkeit. Bruchstücke von Dachziegeln dürfen nicht, wenn sie einem Wasserdruck von 15 cm ausgesetzt werden, soviel Wasser durchlassen, dass Tropfenbildung entsteht.

Frostbeständigkeit. Bei Frostprüfungen dürfen Dachziegel keine Veränderungen aufweisen.

Festigkeit wird nach 2 Methoden ermittelt. Bei Stossprüfung wird eine Stahlkugel, 225 g wiegend, benutzt, die von 50 cm Höhe gegen den Dachziegel auf einem Sandbett fällt. Der Dachziegel muss den Einschlag aushalten können, ohne zu zerbröckeln.

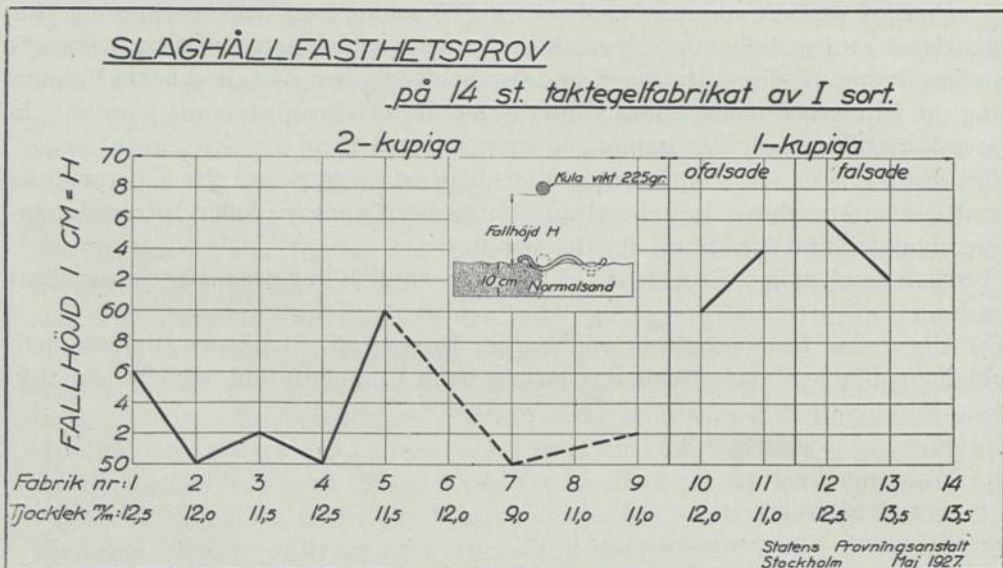


BILD 1: Stossfestigkeit ermittelt bei 14 Dachziegeln, Fabrikat 1. Sorte
2-kupiga = 2 wellige, 1-kupiga = 1 wellige. ofalsade = ungefalzte, falsade = gefalzte
Fallhöjd i cm = H = Fallhöhe Tjocklek m/m = Stärke

Bei der Biegeprüfung werden Dachziegel auf 2 in 30 cm Entfernung und mit 2½ cm breiten mit Filz beschlagenen Holzleisten gelegt, von denen eine fest, die andere beweglich ist. Die Belastung wird vermittelt einer 2½ cm breiten mit Filz belegten Holzleiste parallel und zwischen den beiden Auflageleisten aufgebracht, wobei zweiwellige Dachziegel auf einer Stelle und einwellige auf zwei Stellen belastet werden. Dachziegel müssen eine Belastung von mindestens 300 kg im Mittel von 10 Stück aushalten können.

Besondere Bestimmungen für Dachziegel 1. Sorte. Die Bezeichnung 1. Klasse besagt, dass die Dachziegel frei von Flächen-Rissen sowie Kantenrissen im überliegenden Flügel sind. Schiefheit wird erlaubt bis 8 mm. Sie müssen bei Hammerschlag einen reinen Klang geben und eine ebene Fläche haben und rechtwinklig sein (2 vH von der Länge des Ziegels).

Dachziegel 2. Sorte müssen genau wie Dachziegel 1. Sorte oben genannte allgemeine Bestimmungen erfüllen; dürfen auch keine Kantenrisse und keine durchge-

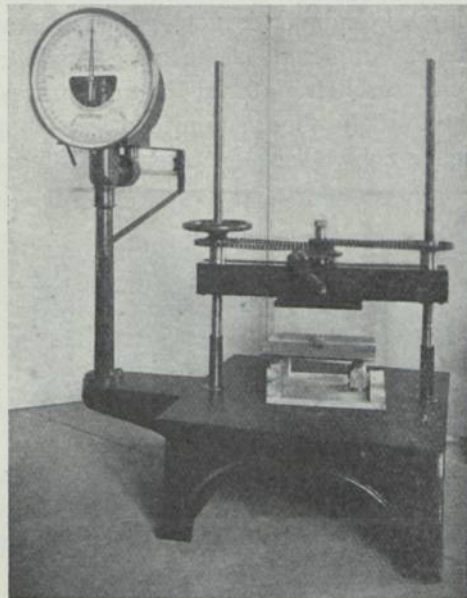


BILD 2. Apparat für die Biegeprüfung.

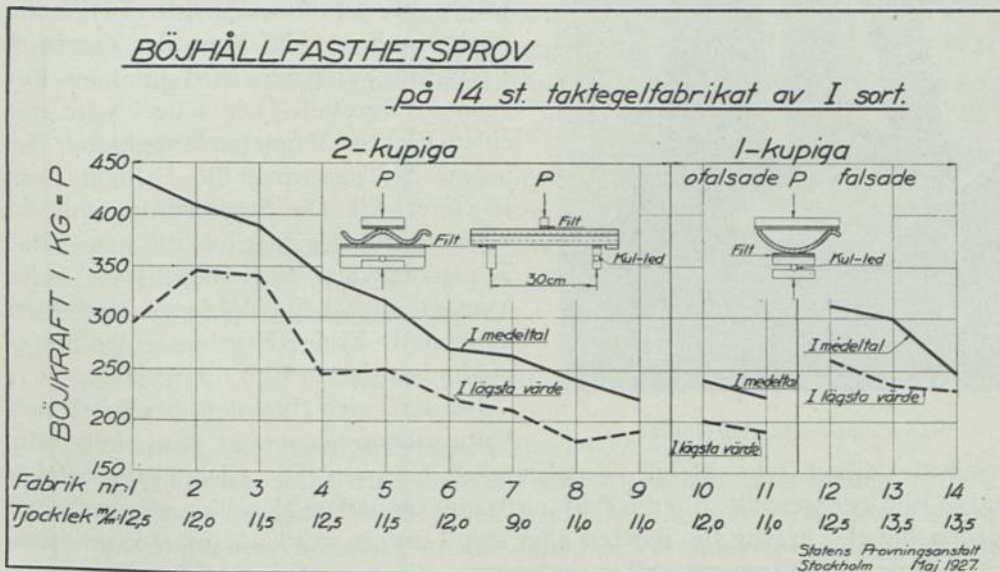


BILD 3: Prüfung auf Biegefestigkeit bei 14 Dachziegeln, Fabrikat 1. Sorte
Böjkraft i. kg. = Biegekraft in kg = P I medeltal = im Mittel filt = Filz
Kul-led = Kugelgelenk I lägsta värde = Mindestwert

henden kleine Flächenrisse aufweisen. Schiefheit bis 12 mm wird erlaubt.

Dachziegel 3. Sorte sind solche, die die Bestimmungen der 1. und 2. Sorte nicht erfüllen, doch dürfen diese Ziegel nicht missgeformt sein. Für Prüfung der Dachziegel kommen die gewöhnlichen Anweisungen zur Probeentnahme von Dachziegeln in Frage (siehe auch Ausführungen hierüber in Zirkular 15, 1927, des Schwedischen Material-Prüfungsamtes).

Sämtliche oben genannten Eigenschaften werden nach den Methoden des Staatlichen Schwedischen Materialprüfungsamtes bestimmt.

Erläuterungen zu vorstehendem Vorschlage. Betr. Format der Dachziegel

kann hervorgehoben werden, dass die grosse Anzahl der jetzigen Dachziegel-formen niedergedrückt werden soll.

Für die Bestimmung der Wasserdurchlässigkeit werden ebene Stücke mit etwa 27 mm Durchmesser aus den Ziegeln ausgeschnitten, mittels Paraffin in zylindrischen Glasröhren eingekittet und dort einem Wasserdruck von 15 cm ausgesetzt.

Bei der Stossprüfung fällt die Stahlkugel das erste Mal von einer Höhe von 50 cm gegen die Mitte eines Wellentales, wie aus dem Bild hervorgeht. Bei zweiwelligen Ziegeln wird das Wellental gewählt, was dem überliegenden Flügel am nächsten liegt. Die Lage der Ziegel im Verhältnis zur Kugel wird durch ein Lot genau festgestellt. Die Kugel wird mit einem Elektro-Magneten festgehalten. Bei jedem Schlag wird die Fallhöhe um 10 cm erhöht. Die Stossprüfung soll ein Urteil darüber geben, ob die Ziegel das Transportieren und Handhaben beim Versand und beim Verlegen aushalten können ¹⁾. Einige Ergebnisse der Stossprüfungen sind in Bild 1 dargestellt.

Es hat sich bei den beschriebenen Untersuchungen gezeigt, dass einige sehr



BILD 4. Apparat für Stossprüfung.

biegefesten Ziegel sehr kleine Stossfestigkeit besaßen. Die Biegeprüfungen sind in Bild 3 dargestellt. Für die Prüfung ist eine besondere Maschine ausgearbeitet worden, die gleichzeitig für Platten aller Art benutzt werden kann. Die gewöhnlichen Materialprüfungsmaschinen haben im allgemeinen ihre Schrauben oder

¹⁾ Die Methode ist ursprünglich vom Amt für Prüfung von Porzellan vorgesehen und benutzt worden. Die Kugel und Fallhöhen sind aber hierfür anders zu wählen.

Zugstangen so nah aneinander, dass man Platten von grösseren Abmessungen nicht vorteilhaft prüfen kann. Ausserdem kommen bei solchen Platten so kleine Belastungen in Frage, dass die meisten Prüfmaschinen hierfür nicht geeignet sind. Die hier abgebildete Maschine besteht aus einer gewöhnlichen grossen Wage, Fabrikat Stathmos, die vom Amt umgebaut und mit Belastungsvorrichtungen versehen worden ist.

Betr. Probeentnahme von Dachziegeln. Es muss erwähnt werden, dass die herausgenommenen Ziegel soviel wie möglich der durchschnittlichen Beschaffenheit der Partie entsprechen soll. Mindestens eine Generalprobe (30 Stück) muss von jeder Partie herausgenommen werden, im allgemeinen wird eine Probe für jeden angefangenen Teil von 200 000 Stück Ziegeln in eine Partie genommen. Wenn die Partie von verschiedenen Ziegelfabrikanten geliefert worden ist, muss mindestens eine Generalprobe von jedem Fabrikat genommen werden.

Ing. BAUCKE, Amsterdam

Was bezweckt eine Wasserlöslichkeitsbestimmung in ungebrannten Grundstoffen? Es kommt doch nur die Löslichkeit nach dem Brennen in Betracht.

Sekundärtone zu keramischen Zwecken geeignet enthalten doch praktisch keine löslichen Stoffe?

Für die Löslichkeit gebrannter Ware ist der SO_3 Gehalt entscheidend, in Verbindung mit dem Gehalt an löslichem K_2O , Na_2O und MgO .

Das Calciumsulfat ist, wenigstens in gut gebrannter Ware doch wohl als unschädlich zu betrachten. Seine Löslichkeit wird von verschiedenen Faktoren beeinflusst. z.B. Korngrösze (Bohland), Erhitzungsgrad.

Erschöpfende Auslaugung des Calciumsulfates mit Wasser tritt nur ganz langsam ein.

Obering. KAZINCZY, Budapest

Ich wünsche zu bemerken, dass Porosität und Wasseraufnahmefähigkeit verschiedene Begriffe sind. Welche von diesen ist in Punkt 3 gemeint, und nach welcher Methode wird sie dann festgestellt?

Antwort des Prof. KALLAUNER

Zu der Anfrage des Herrn Kazinczy bemerke ich folgendes:

Was die Porosität anbetrifft, habe ich klar angegeben, dass es sich in diesem Falle nur um die Porosität handelt, welche sich auf offene Poren bezieht. Die Porosität wurde nach dem in unserer Anstalt üblichen Verfahren festgestellt. Man sättigt die Probekörper im siedenden Wasser und lässt sie dann 24 Stunden im Wasser erkalten, wonach man durch die Gewichtszunahme die Wasseraufnahmefähigkeit bestimmt. Das Volumen der Probekörper wird aus Differenz der mit Wasser ge-

sättigten und an der Luft gewogenen Probekörper, und derselben mit Wasser gesättigten aber unter Wasser gewogenen Probekörper bestimmt.

Zu den Bemerkungen des Herrn Schlyter führe ich folgendes an:

Nach dem vorgeschlagenen Verfahren zur Bestimmung der Wasserdurchlässigkeit von Dachziegeln lässt sich jede Dachziegelsorte untersuchen.

Zu den Bemerkungen des Herrn Baucke führe ich endlich folgendes an:

Die Bestimmung der löslichen Stoffe in den Tonen ist sehr wichtig, denn in manchen Tonen finden wir bis 1% und mehr von diesen Stoffen. Die Anwesenheit der löslichen Stoffe in den keramischen Erden übt nämlich einen bestimmten Einfluss auf die Verarbeitung der Tone aus. Bei den keramischen Erzeugnissen, welche schwach gebrannt werden, können durch manche löslichen Salze Ausblühungen hervorgerufen werden.

Für die Löslichkeit von löslichen Stoffen ist nicht nur der Gehalt an löslichen Sulfaten massgebend, sondern es treten noch zur Wirkung manche, manchmal sehr unangenehme, andere löslichen Stoffe, z.B. die Vanadiumverbindungen etc. auf.

PROGRESS IN REFRACTORY MATERIALS

by

PROF. DR. C. J. VAN NIEUWENBURG

Abstract: Stimulated by the increasing demands of metallurgical industry and boiler practice our empirical pre-war knowledge of refractories has grown out into a science on a strictly physico-chemical base. Fenners work on the monary system SiO_2 gave the fundamental principles necessary for the rational manufacture and testing of silica bricks. Scientific work on fireclay products has been distinctly less successful for want of exact knowledge about the reactions in the binary system Al_2O_3 — SiO_2 below 1500° and a reliable micrography of these products. Most probably X-ray diagrams are going to help us in this direction. The use of carborundum, bauxite, magnesite and chromite is very limited. Great hopes are set on super-refractory products as Zirconia and Silimanite bricks. As yet these are too expensive and insufficiently stabilised for general use.

I think it rather a remarkable fact, that the general scientific interest in refractory materials is of such a recent date. This might have been easily accounted for, if the refractories provided by trade left nothing to be desired. Now this is certainly not the case. On the contrary, every one acquainted with metallurgical and ceramic practice will admit that in many respects progress in these branches of industry is hold up solely by the limits set by the refractory materials. At the same time a permanent stimulus for the production of better firebricks originates in the demands of boiler practice with its ever increasing temperatures of firing and especially with the utmost irregularity of temperature which is a typical feature of modern power plants. The empirical pre-war knowledge of refractories failed absolutely under these severe conditions. It was purely descriptive and explained hardly anything because it had not the slightest real insight into the relations between the properties of a brick and its physical and chemical constitution. However since the war this state of affairs has completely changed. The problem of refractories came into the hands of the trained physicochemist, where

it ought to have been from the very beginning and was tackled with considerable success, even to such a degree, that at present this branch of applied chemistry is among the most striking examples to prove the great value of a close collaboration between physical chemistry and industry.

The first to surrender to scientific treatment were the *silica bricks*, being indeed from a theoretical point of view by far the simplest products as they are built up principally from one constituent only, that is SiO_2 . The investigations of Fenner on the monary system SiO_2 , executed in the famous Geophysical Laboratory of the Carnegie Institution at Washington, made it possible to understand pretty clearly what happens when the silica brick is fired by the manufacturer and later on in actual service. The transformation of the original quartz into tridymite and cristoballite with a smaller density gave a ready explanation of the troublesome after-expansion of these bricks and the means to test them in this respect by measuring the amount of unaltered quartz. Moreover experiments carried out pretty recently established the fact, that the great susceptibility of silica bricks to sudden changes in temperature is chiefly due to the considerable changes in volume of the cristoballite component at its transition point in the neighbourhood of 225° . This makes it clear, that a really good silica brick not only ought to contain as little unaltered quartz as possible, but that the inversion product ought to be tridymite and little or no cristoballite. It is possible, to determine the amount of these two constituents by measurement of the discontinuities in the thermal expansion below 300° and consequently a great many laboratories are now building apparatus to this effect. Yet it seems to me that such constructions as I have seen, have one fault in common, that is, their rate of heating up the test piece is far too great. This causes a certain superposition of the different expansions of tridymite and cristoballite which makes it impossible to get reliable values for the amount present of both. Experiments carried out in my laboratory have shown that it is quite easily practicable within a reasonable length of time to get the two transition points of tridymite and that of cristoballite completely separate by using only minute quantities, below one gram, of powdered material.

Taking all in all however these problems related to the petrographical constitution of silica refractories are on a fair way to complete solution by scientific means. This cannot be said of another and exceedingly important problem, the resistance of bricks to corrosion by slags and other chemical agents. A great many different methods for laboratory tests in this regard have been proposed and are even in actual use. They are more or less successful imitations on a small scale of what happens in a real furnace. Now I think that is exactly what we ought not to do! That is the obsolete, empirical way, only pardonable because as yet no better procedure is available. When the testing of bricks is to lead at the same time towards an improvement in quality of the product, the right way can only be that one, which aims at a deeper physicochemical insight into the factors governing the corrosion of the brick by slags. I am fully aware, that this is a very intricate problem; yet I cannot believe, that it is insoluble. It *must* be possible to predict the

resistance to corrosion by determining beforehand the physical structure, including the porosity, the chemical composition and perhaps some capillary quantity.

Another problem of eminent importance, especially for the manufacturers of silica products, is the relation between the particle size of the raw materials and the porosity and mechanical strength of the fired brick. On the one side we know for certain, that the velocity of inversion of the original quartz increases with decreasing particle size, but on the other hand experience has shown that small grains reduce the mechanical strength and that grains of a uniform size will give a product of a relatively high porosity, that means a product with a low resistance to corrosion. Most probably no detail in the whole manufacture is of greater importance for the quality of the brick than the granulometric composition of the batch, because the porosity substantially depends on it. Now unfortunately the mathematical problem underlying it seems to be extremely difficult and up to the present date it is completely unsolved. If ever a mathematician should give his attention to this problem and find even an approximate solution, it would contribute to the very highest degree towards progress in the manufacture of silica bricks.

Although there are still open a great many questions about silica refractories, we may state the fact that the last ten years gave us the fundamental principles necessary for their scientific treatment. In the mean time scientific work on *fireclay products* has been distinctly less successful. This is to be put down in the first place to our inadequate knowledge about the chemical reactions in the binary system $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ at low temperatures, say below 1500°C . Indeed our exact knowledge about this system is restricted to the equilibria of solid phases with a liquid, that is according to the new diagram of Bowen and Greig above 1540°C . This diagram, also due to the Washington laboratory and intended to take the place of the old Rankin diagram, is of the most fundamental importance for such investigations as deal with the behaviour of clay products at extreme temperatures. However it leaves us completely in the dark about what may be expected when fireclay is heated up to the temperatures of brick making. We can make a shrewd guess about the final state which may be arrived at after prolonged heating at temperatures of 13 or 1400 degrees, but we don't know the mechanism by which this ideal final state is approached. There is even as yet no "communis opinio" about the real physicochemical constitution of fireclay at ordinary temperatures and below 1000° . Hence the solid base is missing for a really scientific treatment not only of the fireclay refractories but of the whole ceramic industry just as well. Fundamental improvements in these branches will be impossible until chemistry shall have provided them with the necessary primary data.

Another drawback in the investigation of fireclay refractories is the absence of a reliable micrography of these products. When a sufficiently thin slide out of a crystalline product such as a silica brick is examined under the polarisation microscope, an experienced worker with some petrographical training gets a pretty

clear notion about its physical constitution. Not so with fireclay. This is not crystalline, so that all petrographical methods fail us. It is absolutely devoid of any structure, consisting only of minute grains of amorphous matter. Differentiation between these grains might be possible by means of specific colouring agents but such propositions in this line as came to my knowledge, methylene blue for instance, are, at their best, of a very limited applicability. I think this is another problem of the utmost importance for the introduction of science into ceramic industry.

In the last two or three years the examination of clay products by means of their X-ray diffraction patterns has received considerable attention. Indeed this may be a very valuable asset, because it is able to give us the actual chemical constituents of the fireclay brick. However it is seriously handicapped by the fact, that the diffraction diagrams of microcrystalline and amorphous substances are very much the same and moreover difficult to interpret. So the results are not yet very interesting but I think it highly probable that in the nearest future, when the laboratory apparatus for X-ray diagrams becomes cheaper and especially less complicate, it will be quite a normal instrument for testing bricks and perhaps the only means to get an insight in their real, ultimate structure.

Notwithstanding this unsatisfactory fundamental knowledge of fireclay refractories, there has been a large output of research along more empirical lines. A great number of important publications concerning the relations between their structure, chemical composition and their behaviour in use, have appeared and accordingly the level of quality is distinctly higher now than ten years ago. The introduction of refractoriness-under-load, though as yet by no means ideal, enables us to classify the fireclay products far better than was possible with the old Seger Cones. Indeed we may express the hope, that before long these cones will have disappeared completely as a measure of refractoriness for which they are absolutely inadequate. In order to attain this end it is necessary to come to a general understanding about the detailed conditions of the determination of refractoriness-under-load and especially about the way of measuring the temperature. I know that in Germany negotiations to this effect are about to meet with success and I hope that congresses like the present one will make it easier to give directions that will be accepted all over the world.

However important the refractoriness may be for a refractory product, it is now generally understood, that in most furnaces the durability of the fireclay bricks depends in the first place on their resistance to corrosion by slags and flue dust and on their tendency towards spalling when the temperature suddenly changes. Hence the increased interest in porosity determinations and a great many publications connected with empirical slag tests and quenching tests. Research along these lines, especially when put on a solid theoretical base, is of the very greatest importance, because it is the *only* way to real progress in fireclay refractories.

Indeed refractoriness in these products has practically reached its limit. Without the introduction of foreign substances it is physically impossible to produce fireclay products with a considerably higher softening point than is reached at present. Accordingly fundamental improvements *must* be looked for in other directions and to me it seems highly probable, that they will be found in an increased resistance to corrosion and a decreased spalling tendency.

Just as twenty five years ago, silica and fireclay are still by far the most important refractories. The use of magnesite, dolomite, bauxite, carborundum and chromite is very limited. Among these only *magnesite* is used in considerable quantities, especially for metallurgical and electric furnaces. Although our knowledge about the physicochemical structure of magnesite bricks is very much deeper now than ten years ago, this is as yet not accompanied by any great improvement in quality. On the contrary we know now, that the presence of a large amount of impurities like iron oxide is absolutely necessary as a bond between the grains, so that it must be impossible to make a magnesite brick, that possesses at the same time the extreme refractoriness of magnesium oxide and the mechanical strength necessary for a furnace lining. At the utmost we can say, that modern science has taught us how to make fairly good magnesite bricks out of inferior raw materials, which is indeed a result worth mentioning.

Carborundum refractories, however useful they may be under some very special conditions, are too much liable to combustion in an oxidising furnace atmosphere and moreover too expensive to find a general application.

Great hopes have been set on *zirconia* as a super-refractory material. The discovery of extensive deposits of the mineral Baddeleyite, zirconium oxide, in the Caldas region of Brazil, brought down its price to such a level that industrial application became possible. Its properties as a refractory material are indeed nearly ideal. The melting point is far over 2000°, the coefficient of expansion is exceedingly low and the resistance to slags is better than that of any other refractory. However, its use is still limited to very special work. Up to the present no sufficiently cheap process of purification has been devised and no cheap bond has been found to give a strong brick without greatly reducing at the same time the softening point. When these problems will have been solved, I think zirconia is to be one of the very best super-refractories of future times. In the mean time it may be used successfully as a coating slip for other refractory furnace linings in order to increase their resistance to corrosion.

Refractories of the *spinel* type are said to be in commercial production in America by electric furnace fusion of magnesite and diaspor. Their composition ought to be exactly MgO, Al_2O_3 . When this condition is fulfilled, they are certainly refractory to a very high degree, but unfortunately very small amounts of impurities reduce the melting point considerably. I am afraid, that this must be for ever a serious objection to spinel refractories.

One of the most promising new ideas is the production of refractories from *aluminium silicates with a higher aluminiumoxide content than fireclay*. It was already known for a long time, and the diagram of Bowen and Greig confirmed it, that the fusionpoint of mixtures of aluminiumoxide and silica is raising continually with an increasing amount of aluminium oxide up to the fusion point of pure aluminium oxide, which is about 2050° . At the same time the corrosion by slags, especially basic slags, is decreased, so that refractories of a very useful character may be expected, as was indeed proved by the Norton "alundum" products out of electrically molten aluminium oxide. The great question was — and is still — how to manufacture these products at such a low cost that competition with fireclay refractories becomes possible. It is not sufficient, simply to mix fireclay with highly aluminous products such as bauxite. When we do nothing else, we get a product that is not essentially more refractory than good fireclay and possesses moreover a very strong tendency towards spalling. To get really super-refractory bodies, it is necessary that they contain a high amount of the only stable aluminium silicate, *mullite*, $3 \text{ Al}_2\text{O}_3, 2 \text{ SiO}_2$. This may be attained by burning the raw materials in the right proportions at extremely high temperatures, say over 1550° , or for an uncommonly long time. Of course both methods are very expensive and not very attractive. It was therefore a distinct improvement, when American scientists first proposed the use of natural sillimanite, cyanite or andalusite as the chief raw material. These minerals, all three of the same chemical composition, $\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiO}_2$, are decomposed into mullite and SiO_2 at a considerably lower temperature, say about 1400° . Moreover the recent discovery in India of commercially available deposits containing over 95 % pure cyanite supplied the raw materials on a large scale. The calcined cyanite is now bonded with small amounts of highly plastic ball clay and fired at ordinary kiln temperatures into bricks of exceptionally good qualities. They are not only highly refractory under load and resistant to spalling, but their resistive power to corrosion by basic slags is exceedingly good. This makes them especially useful in the glass industry for the construction of pots as well as for tank blocks. Such products as came on the American market up to the present are still rather expensive and insufficiently stabilised to admit of general use. However in the last years great corporations have given their attention to the manufacturing of mullite bricks out of cyanite and I think there is not the slightest doubt that in the nearest future a new and valuable super-refractory will be placed at the disposal of metallurgical and ceramic industry at a reasonable price and of a uniform and reliable quality. If this comes true, it will be another striking example of the importance of a collaboration between physical chemistry and industry!

DISKUSSION

Dr. SALMANG, Aachen

Karborundumsteine haben trotz ihrer hervorragenden feuerfesten Eigenschaften leider ein ungünstiges Verhalten gegen Schlacken und Gläser aller Art. Dagegen sind Spinellsteine sehr schlackenfest, was wohl auf deren feste, salzartige Bindung zurückzuführen ist.

DIE PRÜFUNG FEUERFESTER STOFFE

von

DR. ING. HERMANN SALMANG

Dozent an der Technischen Hochschule Aachen

Im Folgenden sollen einige der wichtigsten Prüfmethoden feuerfester Stoffe besprochen werden, wobei nur solche, die bei allen Steinarten anwendbar sind berücksichtigt werden sollen. Die so wichtige Untersuchung der Silikasteine mittels des Mikroskops und des Dilatometers wird also nicht besprochen werden. Wegen der beschränkten Zeit sollen deshalb nur kurz besprochen werden:

Die Bestimmung des wahren und des scheinbaren spezifischen Gewichtes und der Porosität, der Raumbeständigkeit bei hohen Temperaturen, der Splitterung bei schroffem Temperaturwechsel, der Wärmeleitfähigkeit, des Kegelschmelzpunktes, des Verhaltens bei hohen Temperaturen bei Belastung und der Verschlackung.

DAS WAHRE SPEZIFISCHE GEWICHT

Die Bestimmung erfolgt allgemein bei 20° im Pyknometer mit Flüssigkeits-Standröhrchen und Thermometer. Hierbei ist zu bedenken, dass das Wasser wegen seiner verhältnismässig grossen Viskosität und Oberflächenspannung als Messflüssigkeit wenig geeignet ist, da es nicht genügend benetzt und nicht alle Luftteilchen vertreibt. Ferner liegt die Gefahr vor, dass wasserlösliche Anteile des Steins herausgelöst werden, was besonders bei schlecht gebrannten Silikasteinen zu Fehlern führen kann. Man sollte deshalb immer mit Toluol arbeiten, das verhältnismässig wenig verdunstet, dünnflüssig ist und sehr leicht benetzt. Angenehm ist auch sein hoher Ausdehnungs-Koeffizient, der eine genauere Einstellung des Meniskus als bei Wasser ermöglicht,

DAS SCHEINBARE SPEZIFISCHE GEWICHT UND DIE POROSITÄT

Hierfür sind im Gebrauch 1. Die Auskochung mit Wasser und Wägung im trockenen und nassen Zustand, 2. Die Bestimmung des Gewichtsverlustes des mit einer wasserundurchlässigen Haut bedeckten Steines unter Wasser, 3. die

Messung des leeren Raumes eines Gefäßes, in dem der Stein liegt, durch Sand oder Quecksilber und 4. die Erfassung des Porenraumes durch Messung des Gasdrucks im abgeschlossenen Raum mit und ohne Probe.

Die Methode des Auskochens mit Wasser ergibt um 1—2 % zu niedrige Werte und sollte nicht mehr angewandt werden. Die 2. Methode, der Wägung des Steins mit einer undurchlässigen Haut unter Wasser kann sehr genau sein, enthält aber immer die Gefahrenquelle, dass die Haut Wasser durchlässt und dadurch das Ergebnis fälscht. Die besten Ergebnisse für grosse Steine gibt die 3. Methode der Ausmessung eines Raumes mit Sand oder Quecksilber. Besonders für ganze Normalziegel sind die Ergebnisse genau. Mehrere Formen der sog. Quecksilberwage

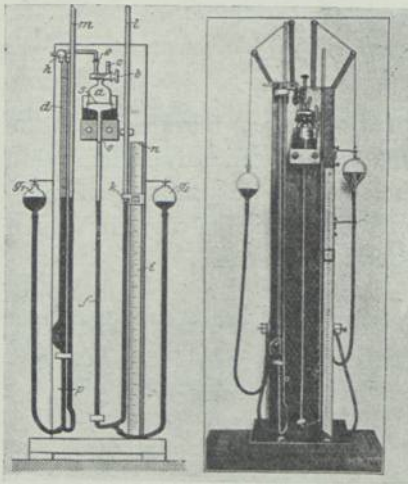


FIG. 1

sind verbreitet und bewährt. Allerdings entstehen immer Quecksilberverluste, auch muss das in den Poren sitzende Quecksilber nach der Tauchung durch Wägung bestimmt werden. Die Sandmethode gibt ebenfalls ausgezeichnete Ergebnisse, wenn man nur den Sand aus immer gleichbleibender Höhe gleichmässig einfließen lässt. In Amerika wird Zirkonoxysand benutzt, der wegen der fast rundlichen Form der Körnchen und ihres hohen spezifischen Gewichtes besonders gleichmässige Füllung des Gefäßes gestattet. Am elegantesten und schnellsten arbeitet die 4. Methode, die den Porenraum des Steines durch Druckmessungen erfasst. Eine besonders einfache und schöne Ausführungsform dieses Verfahrens ist die nach *Esser* und *Piwowarski*, wobei in 5 Minuten der Poren-

raum und durch Quecksilbertauchung auch das wahre spezifische Gewicht bestimmt werden kann. Es ist nur für kleine Stücke brauchbar, erfordert einige Geschicklichkeit, ist aber in einigen Minuten ausführbar. (Fig. I.)

DIE RAUMBESTÄNDIGKEIT BEI HOHEN TEMPERATUREN

Das Wachsen der Silikasteine und das Nachschwinden der Schamottesteine in den technischen Öfen prägt sich deutlich beim Druckerweichungsversuch aus, von dem später die Rede sein wird. Die nicht vollständig umgewandelten Silikasteine zeigen kurz vor der Erweichung einen mehr oder weniger deutlich ausgeprägten, nach oben gehenden Knick, die Schamottesteine kurz vor der Erweichung eine Abflachung der Erweichungskurve, die es schwer macht, den Beginn der Erweichung festzustellen. Es wäre zu erwägen, ob man den Mangel der Steine an Raumbeständigkeit nicht aus der Erweichungskurve abliest.

DIE SPLITTERUNG DER STEINE BEI TEMPERATURWECHSEL

Die hierfür ausgebildete Methode der Abschreckung von rotglühenden Steinen in Wasser ist trotz ihrer groben Form wohl geeignet, ein zutreffendes Bild zu geben. So kann man damit leicht unterscheiden, ob 2 vollständig umgewandelte Silikasteine Christobalit oder Tridymit enthalten, denn die Christobalit enthaltenden Steine brechen bei der ersten Abschreckung in Stücke. Übrigens ist die Bestimmung des Ausdehnungskoeffizienten ein vortreffliches Mittel, um die Splitterung eines Steines im Voraus zu bestimmen.

DIE WÄRMELEITFÄHIGKEIT

Diese ausserordentlich wichtige Eigenschaft der feuerfesten Steine sollte besonders bei Muffelöfen, z. B. bei Zinkmuffelöfen, Koksöfen usw. jedes Mal genau geprüft werden. Leider ist das kaum der Fall, die Wärmeleitfähigkeit gehört nicht zum Prüfprogramm der Hütten- und Kokswerke. Die Ursache liegt nicht am Mangel einer brauchbaren Methode, sondern im Gegenteil an einem Überflusse an solchen, der die Auswahl erschwert. Die einzelnen Methoden sind nicht ohne erhebliche Abweichungen gegeneinander auswechselbar, besonders bei gut leitenden Steinen wie Magnesit- und Karborundsteinen sind die Fehler noch sehr gross. Sie betragen über 25 %.

DER KEGELSCHMELZPUNKT

Sein Wert wird heute nur noch gering eingeschätzt und immer weniger verlangt. Es steht aber fest, dass nach den früher üblichen Methoden meist zu hohe Kegelschmelzpunkte gefunden wurden, weil die Erhitzungsgeschwindigkeit zu gross war. Ich habe festgestellt, dass ein mit gleichen Teilen SiO_2 gemagerter Kaolin um 5 SK tiefer umsank wenn die Erhitzungsgeschwindigkeit statt 15° in der Minute nur 5° betrug. Man muss den verschiedenen Baustücken des Steins Zeit lassen, miteinander zu reagieren und sich den Anheizgeschwindigkeiten der technischen Öfen etwas mehr anpassen, die noch viel geringer sind.

DIE ERWEICHUNG BEI HOHEN TEMPERATUREN UNTER BELASTUNG

Der KSP gibt für die obere Verwendungsgrenze feuerfester Stoffe nur dann richtige Werte, wenn sie unbelastet und nicht von Flugstaub oder Aschen gefährdet sind, z. B. an manchen Feuerbrücken. Eingebaute Steine stehen unter hohen Drücken. Bei geringem Gehalt an festem Kristallskelett und hohem Gehalt an Flussmitteln erweichen sie viele 100° früher als der KSP angibt. Schamottesteine von KSP 33 erweichen schon bei SK 2—13.

Die Bestimmungsmethoden dieser wichtigen Stoffkonstanten sind in den verschiedenen Ländern verschieden. 1. In Europa pflegt man meistens bei konstanter Belastung (1 kg bei Silikasteinen, 2 kg bei Schamottesteinen) die Ofentemperatur

langsam (5° je Minute) zu steigern und die bis auf das 10 bis 20 fache vergrößerte Längenänderung des Prüfkörpers sich selbst aufzeichnen lassen.

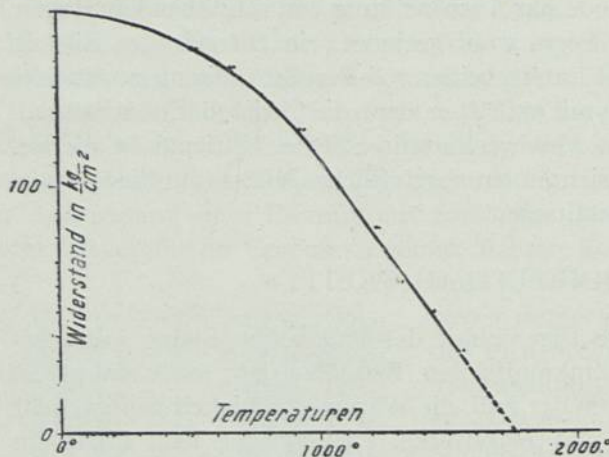


FIG. 2

wie auch Druck verändert. Es ergeben sich dabei Kurven wie sie Fig. 2 zeigt.

Sämtliche 3 Methoden haben ihren praktischen Wert, aber verschiedene Bedeutung. Die zuerst beschriebene in Europa übliche Methode der Druckerweichung gibt nur die Höchstverwendungsgrenze des Steins an, die amerikanische ihr Verhalten bei einer bestimmten Temperatur, die Methode *Le Chateliers* dagegen gibt Festigkeitszahlen für den ganzen Temperaturbereich und ist die umfassendste

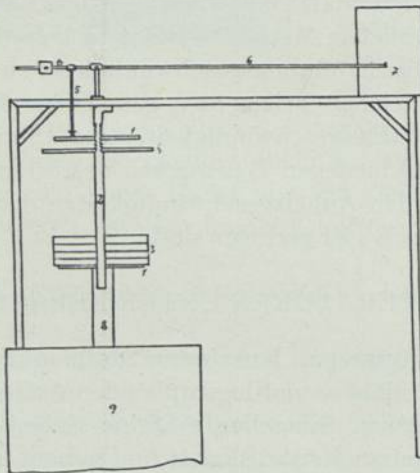


FIG. 3a

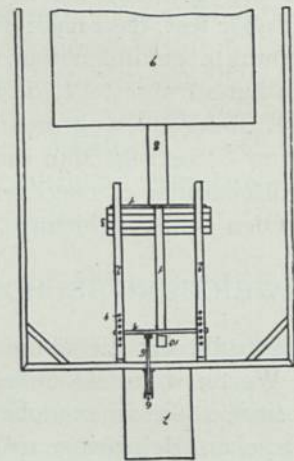


FIG. 3b

und für den Ofenbauer wertvollste aller dieser Methoden. Ich habe leider noch nicht gehört, dass sie in der Praxis Verwendung findet.

Alle diese Erweichungsprüfungen leiden unter den Mängeln der Laboratoriums-

öfen bei den in Frage kommenden hohen Temperaturen bis zu 1700°. Man ist heute allgemein noch auf den Kohlegries-Widerstandsofen angewiesen, der nie einen gleichmässigen Temperaturanstieg gibt und deshalb mit unzureichender Genauigkeit zu arbeiten gestattet. Immerhin ist die Erweichungsprüfung heute die wichtigste Prüfmethode geworden. Eine einfache Ausführungsform der in Deutschland üblichen Methode vom Verfasser gibt Fig 3. Sie zeigt einen Apparat mit 2 feststehenden, genau senkrecht eingerichteten Stangen, an denen ein Schlitten auf und ab gleiten kann, der die Belastungsgewichte aufnimmt. Der Schlitten drückt mittels eines Stempels auf die Probe im Ofen. Jede Bewegung des Körpers wird auf den Schreibhebel übertragen.

DIE VERSCHLACKUNG

Diese wichtige und gefährliche Eigenschaft der feuerfesten Stoffe wird leider ebenso wenig wie die Wärmeleitfähigkeit bei den üblichen Prüfungen berücksichtigt. Sie ist aber nötig, weil jeder Schlacke und jedem Flugstaub der Stein angepasst werden muss. 3 Proben sind gebräuchlich: 1. Man bohrt Löcher in den Stein und schmilzt die Schlacke in diesen ein. Dabei wird allerdings wegen des Mangels an einer natürlichen Brennhaut in den so gebohrten Löchern ein etwas zu ungünstiges Ergebnis erzielt. 2. Der feuerfeste Stein wird in einem Schlackenbade eingeschmolzen oder mit Schlacke beschüttet, was heftigen Angriff des Steins zur Folge hat und zu ungünstige, aber doch sehr charakteristische Werte für jede Steinsorte liefert. 3. Man formt aus der Schlacke und aus dem Stein zu gleichen Teilen Segerkegel und prüft sie auf ihren Schmelzpunkt. Dieses Verfahren hat wenig Anklang gefunden.

Wünschenswert wäre es, wenn man aus der chemischen Zusammensetzung des Steins und der Schlacke den Angriff des Steins berechnen könnte. Das scheint mir nicht unmöglich zu sein. Bei Schamottesteinen z.B. liess sich feststellen, dass die Angreifbarkeit durch Schlacken proportional dem Basengehalt der Schlacke war. Reine Oxyde griffen am stärksten an, und zwar in der Reihenfolge FeO, MnO, CaO, MgO. Dann kamen die basischen, die neutralen und zuletzt die sauren Silikate. Die reinen Säuren wie SiO₂ und Al₂O₃ greifen gar nicht an.

DISKUSSION

Ing. J. L. BIENFAIT, Amsterdam,

fragt auf welche Weise bei der Bestimmung des Erweichungspunktes die Temperaturmessung vom Votr. vorgenommen wird.

Dr. SALMANG, Aachen

Die Temperaturmessungen werden von schräg oben her vorgenommen. Diese Methode ergibt nach vielen Messungen die besten Werte, ist aber bei hohen Temperaturen wegen der Qualmbildung unangenehm. Dieser Fehler wird bei der Messung durch ein horizontal auf den zu prüfenden Körper gerichtetes Rohr (nach

Miehr) vermieden. Wegen der Erweichung des hochfeuerfesten Innenrohres des Ofens verschiebt sich aber der Ausschnitt für das Visierrohr auf die Dauer, was der Messung schadet. Die Innenmessung durch den hohlen Druckstempel gibt sehr niedrige Werte und muss wohl aufgegeben werden. Bei einer vom Chemischen-Laboratorium für Tonindustrie empfohlenen neuen Methode, die Temperatur durch ein von oben schräg auf den Prüfkörper gerichtetes Rohr zu messen, ist der durch den Qualm entstehende Fehler vermieden.

Ing. BIENFAIT, Amsterdam,

hat dieselbe Erfahrung gemacht und teilt noch mit, dass die horizontale Anvisierung durch Seitenrohr nach Miehr kostspielig ist.

Dr. PFEIFFER, Duisburg,

Dr. Salmang erörterte, dass die Messmethode durch den durchbohrten Kohlenstempel nicht mehr ausgeführt wird. Bei der Besprechung der Normung des Druck-erweichungsversuches wurde festgestellt, dass man auch durch den durchbohrten Kohlenstempel messen könne, da sich grössere Differenzen nicht ergeben. Es wäre m. E. erstrebenswert, das Messverfahren, nach dem beim Erweichungsversuche die Temperatur bestimmt wird, anzugeben.

Dr. HECHT, Berlin

Zur Frage der Abweichungen bei den verschiedenen Arten der Temperaturmessung möchte ich bemerken, dass über diese Fragen im Tonindustrie Laboratorium, Berlin, und in Stettin von Miehr eingehende Vergleichsversuche angestellt wurden. Dabei wurden von meinem Kollegen Dr. Hirsch in Berlin und in Stettin von Dr. Miehr festgestellt, dass die sogenannte alte Messmethode des Tonindustrie Laboratoriums von Hirsch und die Messmethode Miehrs übereinstimmende Werte ergaben, während die Endelmethode starke Abweichungen ergab, wenn nicht anormale Verhältnisse vorlagen. Ich verweise zu diesem Zweck auf die Veröffentlichungen der Arbeit des Herrn Dr. Miehr in der Tonindustrie-Zeitung über die in den verschiedensten Laboratorien ausgeführten an gleichem Steinmaterial durchgeführten Vergleichsversuche, die meine Ausführungen bestätigen.

Prof. v. NIEUWENBURG, Delft,

empfiehlt für Porositätsbestimmungen noch eine vierte Methode, nämlich die Bestimmung unter kaltem Wasser aber mit Evakuieren. Diese Methode gibt s. E. bessere Werte als alle andere.

Dr. H. SALMANG

verfügt nicht über Material um darüber ein Urteil auszusprechen. Antwortlich eine diesbezgl. Frage von Prof. van Nieuwenburg teilt er mit dass der im Vortrag besprochene Porosimeter von Esser und Piwowsky beschrieben ist in Stahl und Eisen 1926.

RECENT DEVELOPMENTS IN THE TESTING OF REFRACTORIES

by

M. C. BOOZE ¹⁾

Vice-President, The Chas. Taylor Sons Co. Cincinnati, Ohio

The American Society for Testing Materials through Committee C-8 has been active over a period of several years in establishing tests and specifications for refractories. The standard and proposed tests and testing methods have been very generally used both by consumers and manufacturers of refractory materials. As a result of the wide application, a knowledge of the suitability has been obtained which has led to frequent and radical changes, and has prompted a considerable amount of research, having for its purpose, greater accuracy and better correlation between tests, and the behaviour of refractories in actual service. That none of the tests has remained long as standard is not at all to the discredit of the committee but rather gives evidence of the careful studies that have been made. The major difficulties encountered in establishing reliable tests for refractories arise from the fact that ultimate failure in service comes about from a combination of factors operating at the same time in many of the more important cases of failure, and it is extremely difficult in tests conducted at high temperatures to bring these factors to bear in the order of relative importance. Another reason for discordant results is that the tests have been devised to bring about in a few hours, changes that take place in service over periods of months or even years. Acceleration has been accomplished by elevating the temperatures, applying heavy loads, or quenching in water; and the results have frequently led to inaccurate conclusions. An attempt has also been made to determine, by means of one relatively simple test, the suitability of refractories for several conditions of service, and this has been quite unsatisfactory. The trend today is toward studies of the fundamental properties of refractories, and reactions involved in bringing about ultimate failure as well as less accelerated tests carried out under well controlled conditions.

It is not within the scope of this paper to describe in detail, all of the tests for refractories which have received the consideration of Committee C-8. These may be found, and their development traced, in the various reports of the Committee.

¹⁾ Read at the Congress by Mr. W. H. Fulweiler.

Those, which have been subjected to the greatest study and upon which changes have been made or suggested, are the method for chemical analysis, load test, spalling test, softening point test, slag test, and the reheating or shrinkage test.

The method for chemical analysis was found to be unsatisfactory only when used on diaspore and clays of high alumina content. Upon request of the Committee and with its co-operation, the Bureau of Standards obtained three lots of clay varying from ordinary fire clay to diaspore. These were carefully prepared, and representative samples sent to a number of industrial laboratories familiar with the routine analysis of clays. As a result of this work, it was found that the standard method for analysis gave reliable results except in determining the alumina content of diaspore and clays having relatively high alumina contents. The Bureau of Standards has prepared a report and indicated the methods necessary for accurate alumina determinations. It has also made available standard samples of fire clays and diaspore of known composition.

The load test for refractories was at one time widely used as a single test to determine quality. Its use in this way has diminished although the test is still a popular one.

The standard load test which is conducted at 1350° C. and with a load of 25 pounds per square inch, was given a critical study by members of Committee C-8 in the light of information obtained from several hundred tests conducted on fire clay brick under various conditions of temperature and pressure. The conclusions given in a recent progress report on this subject are as follows:

First: The load test should not be used for determining the suitability of fire clay brick to meet a variety of service conditions.

Second. For selecting brick to support loads in furnace walls and arches receiving soaking heats, the load test should be run under the temperature and load conditions of actual use.

Third: Deformation is not apt to be an important cause for failure of fire clay brick in a furnace wall unless the brickwork is heated throughout to a comparatively high temperature.

In the first spalling test which was adopted by the society several years ago, brick were alternately heated on one end in the door of a furnace being operated at 1350° C. and quenched in water. It was later decided that this treatment did not produce sufficient vitrification during the one hour heating period to distinguish between first and second quality refractories and a preliminary five hour heat treatment of the whole brick was added. This amended method gave a big differentiation between first quality refractories and those of lower grades which vitrified with comparative ease, and the test came into fairly general use. It was found however, that the reheating treatment was objectionable because it eradicated difference in spalling tendencies which were due entirely to difference in burn. Soft burning is an important method for increasing the resistance to spalling and the objection cited could not be ignored. For this reason the preliminary reheating has been eliminated from the tentative spalling test. As a result of studies made in two

laboratories, it was also determined that better differentiation would be had between brick of different spalling tendencies if the furnace temperature was maintained below 1350°C , or if the hot ends were immersed in 2" rather than 4" of water. In both cases failure in the test takes place more slowly than formerly. The test which involves heating on the ends at 1350°C . for one hour and immersing the hot ends in water to a depth of 2" is being used tentatively. A considerable amount of work has been done on a so called "service spalling test" which has yielded very good results and which may soon be proposed for adoption by the society. In this, the test brick are held in a metal frame and form the roof of a furnace. When the test brick are in place, the furnace is heated to a high temperature and the temperature held for several hours in order that some vitrification or shrinkage will take place on the ends or exposed faces. Following this heat treatment the brick are successively heated on the ends for a short time and chilled with an air blast, and after several rapid heating and cooling cycles, are taken from the metal frame, and the loss in weight determined after removing all of the loosened pieces. This test excludes nearly all of the objectionable features of the testing methods which have been previously suggested, and by its means a direct comparison may be made between two or more lots of test pieces at the same time since a relatively large number of samples may be run together.

The terms "softening point" and "fusion point" which have been used to designate the common refractoriness test, have been tentatively replaced by "pyrometric cone equivalent." It is held that the original terms were misused and that the latter is a more clear expression of what the test actually gives. It has also been found that the standard method for determining the pyrometric cone equivalent is not capable of producing sufficiently exact results when used for testing ordinary fire clays. Industrial laboratories using the standard method have failed to check by as much as two standard cones when testing identical samples of fire clay. The method is being studied by the sub-committee on Precision and Tolerance with a view toward establishing a more exact procedure. The Bureau of Standards has made careful determinations of deformation temperatures of domestic and foreign pyrometric cones under several conditions of atmosphere and heating rate, and as a result several changes in our standard cone temperature scale have been recommended.

At the present time the society does not have even a tentative slagging test for refractories. The first tentatively adopted test involved placing slag within a refractory ring, which was cemented to the surface of the test pieces, and heating to a definite temperature for a given length of time. This method determined the slag penetration rather than slag erosion and has been discarded. Investigations have been conducted in several laboratories in the last few years in attempts to develop slag tests which would be reliable and in nearly every case slag has been introduced continuously and allowed to flow down over the heated face of the brick under test. This method gives considerable promise, although close regulation of the furnace atmosphere is required and difficulty is experienced in producing a uniform deposi-

tion of the ground slag or erosive dust on the test bricksurfaces. After two years of intensive effort, one laboratory has succeeded in devising a test which appears to give satisfactory results, and this is being checked in the light of results obtained on several kinds of refractories already tested in industrial furnaces. While the method involves equipment too complicated and expensive for general use, it is hoped that it will soon be submitted to the society for adoption.

A standard reheating test was adopted by the society several years ago as one means for differentiating between fire clay refractories of first and second quality. This involved heating at 1400° C. for five hours, and the maximum limits were established of 1½% contraction and 1% permanent expansion for the better grades of brick. At the time this test was adopted it was not realized, as it is now, that permanent expansion may take place from other causes than overfiring of the clay body with the formation of a vesicular structure. It is now known that "secondary" expansion, as it is called, occurs with some clays without vitrification and may be very desirable for some purposes. It was also determined that the amount of "secondary" expansion is greatly influenced by the rate of heating, becoming less as the heating rate was lowered. For these reasons the reheating test was recently abandoned and an attempt is now being made to develop one which will determine potential shrinkage under a given set of conditions, as it is realized that shrinkage is an important cause for failure of refractories in service. Shrinkage, however, takes place slowly and over a long period of time so that it is necessary, to use considerable care in the selection of an accelerated test, and to check it against results in actual service before recommending the test for adoption.

METHODS FOR AND RESULTS OF ROCK-TESTS FOR ROAD MAKING PURPOSES

by

RAGNAR SCHLYTER

Civil Engineer, Stockholm, Sweden

Through grants from motor taxation-means a Road Material and Refrigerating Laboratory has been established at the Government Testing Institute "Statens provningsanstalt" in Stockholm, and in this laboratory have been carried out tests with Swedish rocks intended for road making, chiefly at the request of the Swedish Institute of Roads. The test methods used, and the results obtained, are presented in the following, together with some researches made by the Testing Institute in connection with the determination of the test methods.

The test methods of other countries have been the subject of studies, inter alia by means of visits on the part of the Testing Institute's officials to Germany, France, England, and the United States. The German methods are the subject of treatment within the "Deutscher Verband für die Materialprüfungen der Technik" and a "Vorschlag für Prüfverfahren für natürliche Gesteine" has been published in the Society's „Zwanglose Mitteilung, July 1926". The Studiengesellschaft für Automobilstrassenbau, Berlin, has published in the year 1927 "Vorläufige Richtlinien für die Prüfung von natürlichen Gesteinen als Strassenbaustoff". The French methods were published partly in the agenda of the International Society for Testing Material for the New-York Congress in 1912, XIX. 2: "Notice sur l'outillage pour l'essai des matériaux de pavage" partly, also by Anstett, in "Cours d'Analyse et d'essai des matériaux de construction", Paris, 1921. The English methods join up in the main with those used in the United States and have been published by the „National Physical Laboratory", Teddington, England, April, 1924.

The American methods have partly been published in "Standards of the American Society for Testing Materials", but more completely published by the United States Department of Agriculture in its Bulletins Nr. 347, 949 and 1216, the last-mentioned from the year 1924 containing the working methods now customary.

Professor E. Neumann, Stuttgart, made in the year 1926 a critical examination of the various methods now in use in a work entitled "Prüfung und Bewertung von



FIG. 1a. Road- and Refrigerating Laboratory. Statens Provningsanstalt, Stockholm

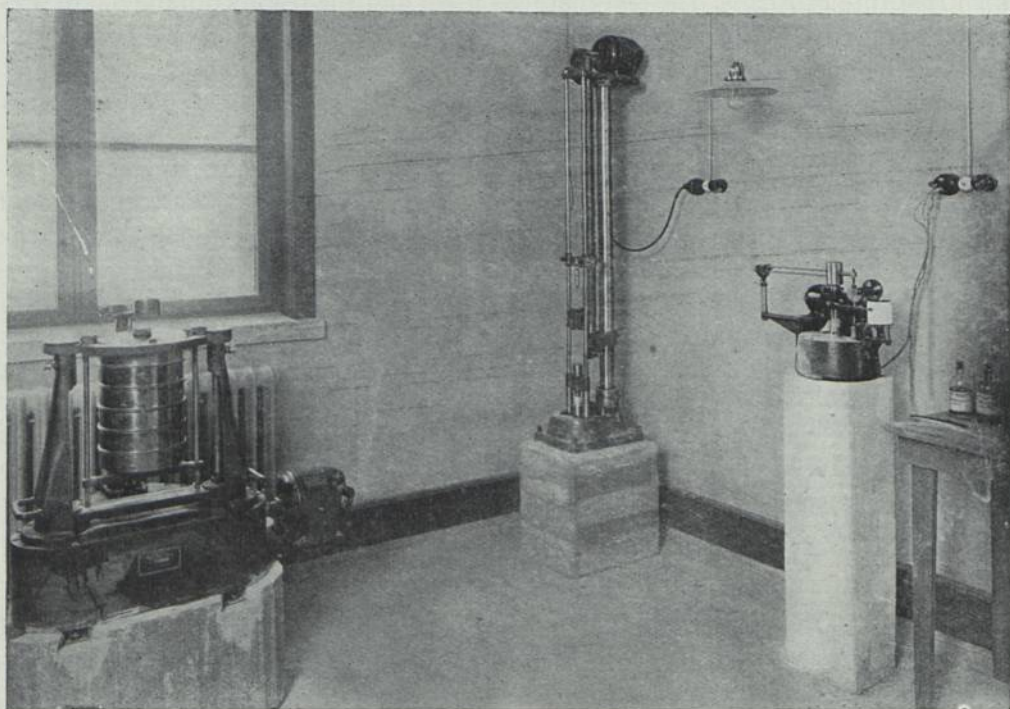


FIG. 1b. Interior of the sand-laboratory

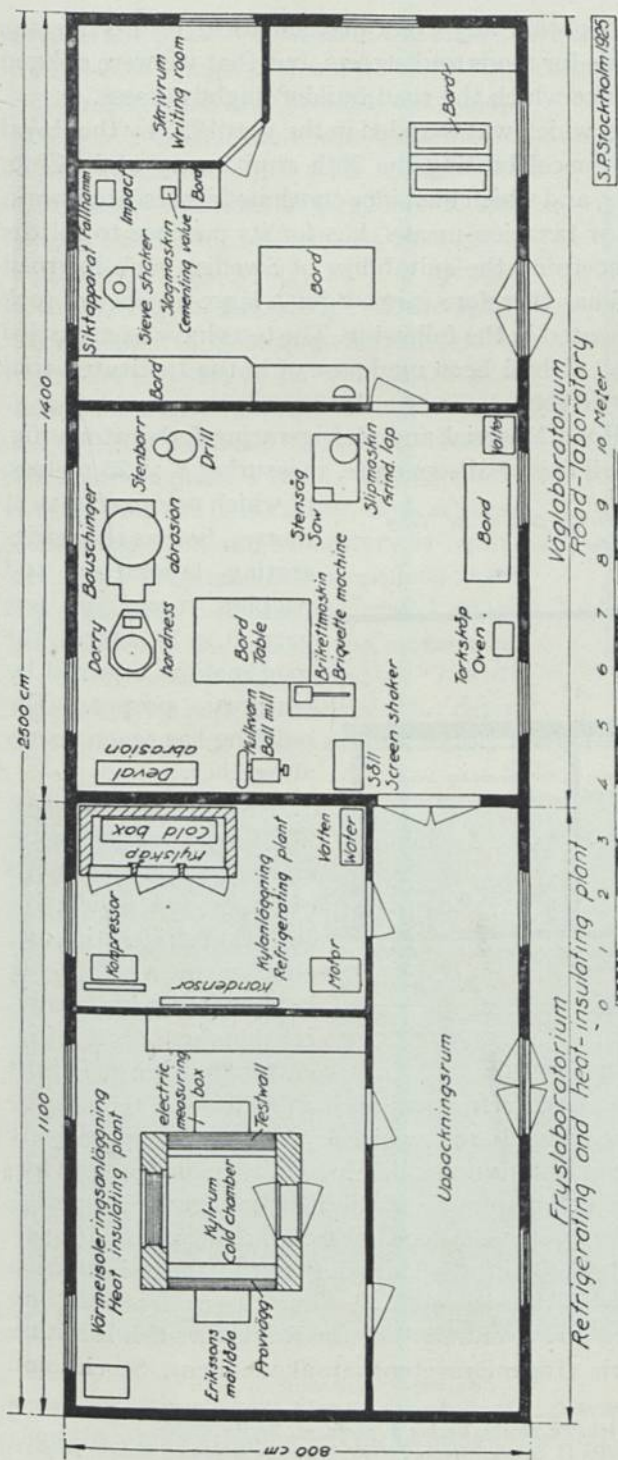


FIG. 2. The plane of the laboratory building

Strassenbaustoffen¹⁾, for which reason it may be sufficient to refer to the said work²⁾.

After careful examination of the various methods the Testing Institute determined in the year 1925 the working methods in close agreement with those in use in the United States, (Bureau of Public Roads) inasmuch as this country had advanced farthest in respect of being able to utilise and benefit by the test results for judging the suitability of a road making material for its purpose.

In other countries some solitary laboratory tests have certainly been carried out at this period without constructing a corresponding trial road, as well as a number of trial roads without carrying out corresponding laboratory tests, and as far as we know there existed then in Europe no systematic, conjunctive results from laboratories and practical tests. The consequence of this was that by labor-

¹⁾ Sonderabdruck aus d. Zeitschrift des Vereins deutscher Ingenieure. Nr. 42 und 45, 1926.

²⁾ See also: Professor E. Gaber, Karlsruhe: „Prüfung und Beurteilung von Strassenschotter und Pflastersteinen.“ Zentralblatt d. Bauverwaltung 1927, nr. 21, pge 241.

atory tests it was impossible to obtain any exact mathematical results for the suitability of the various materials for roads and streets, but that we were obliged to rely upon the general experience which the road builder might possess.

The Swedish Institute of Roads, which was founded in the year 1923 by the Royal Automobile Club in Stockholm for celebrating the 20th anniversary of the Club, with a donation of 50,000 kronors, and which has since continued its research work, inter alia with grants from motor taxation-means, has for its purpose to fill the aforesaid lack of knowledge concerning the suitability of Swedish rock for road making purposes in general, and has therefore carried out a large number of rock tests, the results whereof are presented in the following. The tests have been carried out with such Swedish material as had been made use of in the Institute's trial roads or other typical roads and streets.

Laboratory Building. — The Road Material and Refrigerating Laboratory (fig. 1 A & B) consists of a one story building of air-concrete, measuring 8×25 metres,

Refrigerating and heat-insulating plant at the Road-laboratory, Stockholm

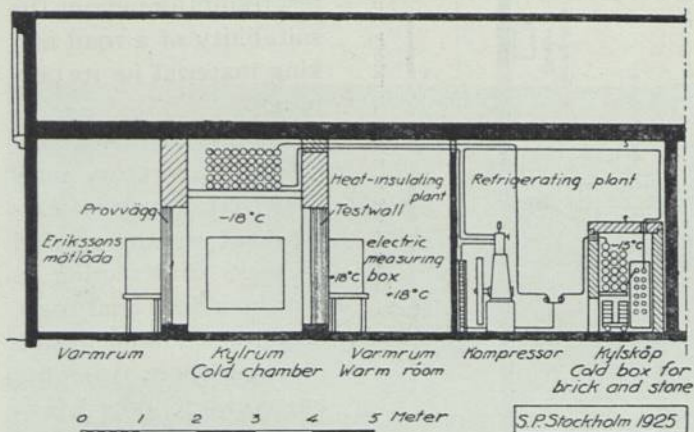


FIG. 3. Sectional view of the laboratory

of which one part, 8×11 metres, houses the refrigerating laboratory and packing room, and one part, 8×14 metres, the road making material laboratory proper. The building has seven rooms altogether.

The *Refrigerating Laboratory* (fig. 2 & 3) consists of two rooms which, besides the refrigerating machinery of a 3000 cal. kompressor with motor, contains not only a refrigerator for normal frost soundnesstest at -15°C but also a larger refrigerating chamber for -20°C , measuring about 2.1×2.4 metres (space about 10 m^3), which by means of comparatively simple devices can be made larger or smaller according to requirements, and can furthermore be used for testing the behaviour of various soils in frost etc, as well as for determining the heat insulating efficiency of roads according to Eriksson's method (fig. 4).

The principles for using the plant in the carrying out of heat insulation tests, and the results obtained by this method, have been described by Kreüger and Eriksson in papers Nr. 7 and 36¹⁾ of the Royal Swedish Institute for Scientific-Industrial Research (Ingeniörsvetenskapsakademien), Stockholm.

¹⁾ Translated into German: Kreüger-Eriksson: „Untersuchungen über das Wärme-Isolierungsvermögen von Baukonstruktionen“, translated by Herb. Fr. Grote, Verlag J. Springer, Berlin 1923.

A short description in English in „Appendix II. Special Report Nr. 7, Building Research Board. Department of Scientific and Industrial Research, London, 1923.

Beyond the plant described in the same there is also the aforesaid refrigerator for normal frost soundness tests. In the Refrigerating Laboratory there are going on in cooperation with the Swedish Geological Survey's research and the Institute of Roads researches into soils sensitive to frost, their conditions of temperature and moisture under the influence of frost, heat insulating efficiency, etc., for the purpose of improving the knowledge of the detrimental effect of frost upon certain roads, especially in a thaw, as well as the best means for counteracting this influence.

The Road Material Laboratory consists of a small engineer's room, writing room, a sand and soil laboratory, and a stone work-shop. The sand laboratory is equipped with a Tyler machine-propelled screening apparatus for screening gravel, which automatically disconnects the motor after a certain period (fig. 5 and 6). A sediment analysing apparatus is used for determining the size of grains of soil-samples containing fine particles which cannot properly be sieved mechanically.

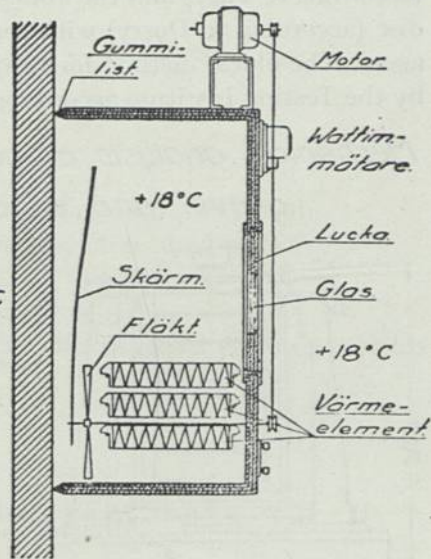


FIG. 4. A principle figure of Eriksson's method

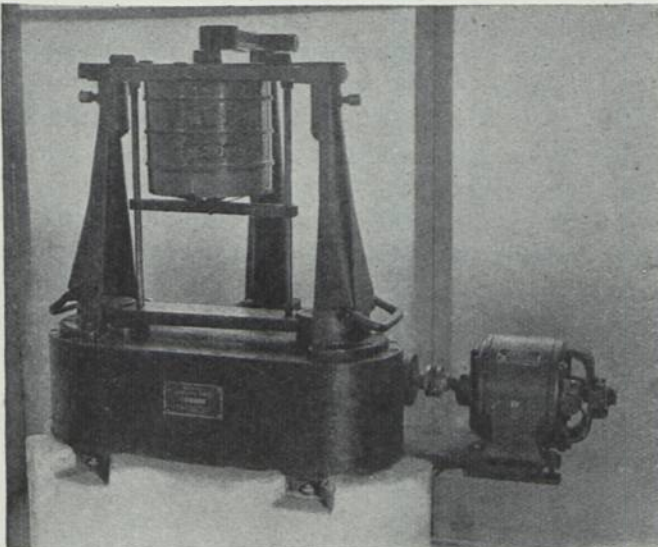


FIG. 5. Sieve-shaker apparatus

lengths and a grinding lap for planing off exactly the end surfaces. After the com-

pressed mechanically. In the sand laboratory are also erected 2 machines, a drop-hammer for 25 mm. stone cores and a Page impact machine for determining the cementing value of 25 mm. dried briquettes. The stone work-shop contains partly a stone drill for drilling 50 mm. cores for compression tests and 25 mm. cores for determining the impact (toughness) and abrasion of stone cores against a rotary iron grinding disc. There is a saw for cutting the cores into proper

pression specimens are quite ready they are tested in a hydraulic press. The determination of the toughness is carried out with the aforesaid drop-hammer for stone (according to Page) and the abrasion of cores is carried out against a rotary iron disc (according to Dorry) with the use of American quartz sand as an abrasive agent. The oldest method for testing abrasion is the one which is still being used by the Testing Institute according to Bauschinger for determining the abrasion of flooring material, 20×20 cm, specimen slabs being used as well as emery, "Naxos Nr. 3", as an abrasive agent.

*Mechanical analysis of aggregates,
gravel and sand*

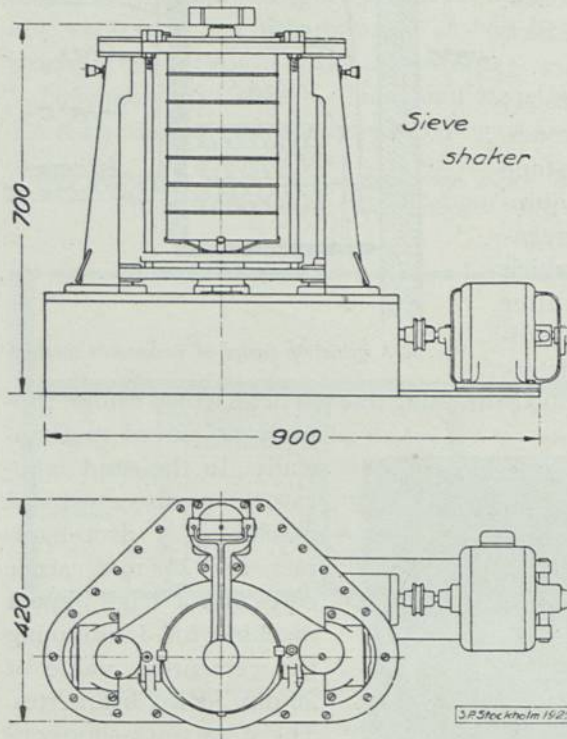


FIG. 6

The machines and equipment have mostly been manufactured in Sweden by the Aktiebolaget Alpha at Sundyberg. Three machines come from Riehlé Brothers, Philadelphia, U. S. A.

TEST METHODS

For determining the average nature of a parcel, and in order to make the test decisive, a so-called average or general sample is selected by the controller or some other impartial expert.

The Testing Institute has issued special instructions for sampling which have

been followed in the selection of rock samples (circular 4, 2nd amended edition, 1927).

The rocks have been tested in respect of:

1. Geological definition.
2. General properties.
3. Water absorption.
4. Volume weight.
5. Cementing value.
6. Abrasion of macadam in obliquely placed drum (according to Deval).
7. Abrasion of stone cores against a rotary iron disc (according to Dorry).
8. Impact test (toughness, according to Page).
9. Compression (crushing strength) of 50 mm cores.

Other researches which may be made with rocks, but have not yet been carried out, are in respect of:

10. Specific gravity.
11. Porosity.
12. Evaporation.
13. Water absorption under pressure (water saturation number).
14. Frost soundness.
15. Abrasion with sand blast.
16. Slipperiness (tendency to skidding).

The following methods have been made use of:

1. *Geological definition.* — The geological definition with the aid of transparent specimens indicates the name and quantity of mineral composing the rock as well as the structure and other geological peculiarities of the rock.

A stone which as nearly as possible represents the sample is selected from the sample supplied, and of this a sheet 2 mm thick and 2 to 4 cm² surface is ground. This is fixed upon a specimen glass and ground down to a thickness of about 0,1 mm after which it is examined under the microscope for determining the different minerals composing the rock and the texture and structure of the same. This investigation is carried out on behalf of the Testing Institute by Professor P. J. Holmquist, Stockholm.

2. *General properties.* — The general properties: colour (visible fissures), stratification and degree of homogeneity are determined by examination.

3. *Water absorption.* — The water absorption is indicated by the quantity of water absorbed on immersion in per cent of the dry weight of the stone.

About 40 approximately equally large stones with a total weight of about 2 kg are selected from the sample submitted to breaking into pieces and screening, and these are abraded in an obliquely placed drum (Deval abrasion machine for macadam) which is given 2000 revolutions, after which they are rinsed with water and allowed to dry in the air until the surface is completely dry. The stones are divided into 2 portions of about 1 kg each, which are dried to a constant weight in the drying oven at a temperature of about 100° C, after which they are immersed to

constant weight. On weighing the immersed (resoaked) stones each stone is dried separately on the surface with a sponge that has been squeezed dry. The water absorption is indicated in per cent of the stone's dry weight, forming an average figure of the value for both portions.

4. *Volume weight.* — The volume weight indicates the weight for each volume unit of the material, including interstices.

The volume weight is determined with the stone samples used for the water absorption test.

Both portions are weighed in a saturated condition immersed in water. The dif-

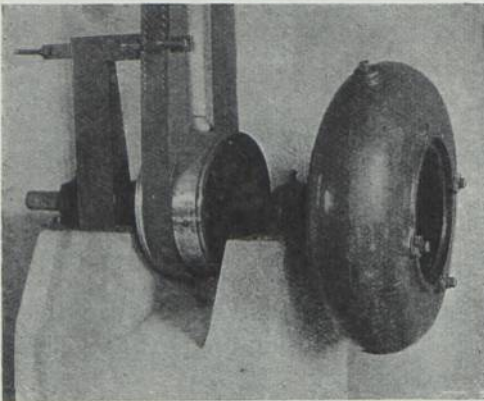


FIG. 7a. Ball-mill for crushed stone

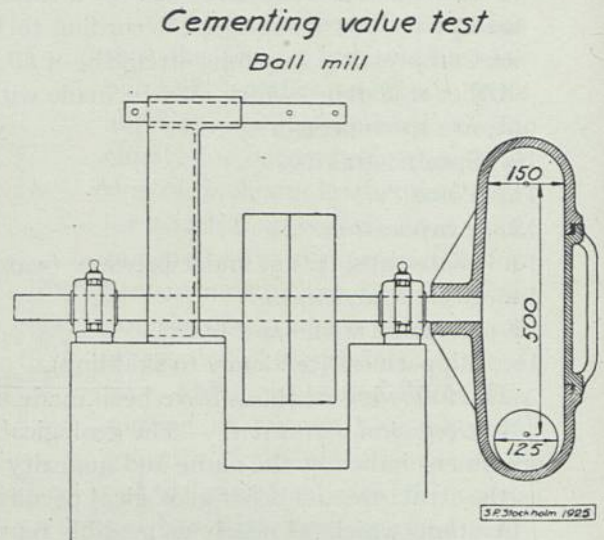


FIG. 7b

ference in weight in grammes between the weight in a saturated condition and the weight in water is the volume of the sample in cm^3 .

The volume weight is indicated as an average figure of the tests with both portions.

5. *Cementing value.* — The cementing value expresses the capacity of the material of acting as a natural binding agent in the road, and is ascertained with pressed or moulded briquettes which have been made from the rock material after the same has been ground together with water into a dough in a ball mill. After drying the briquettes are tested in an impact machine, the cementing value being indicated in the number of blows dealt until the briquette breaks or goes to pieces.

The stone material is crushed in a stone crusher and sieved in $3/8''$ and Nr. 8 sieves with a free opening of meshes of 9,4 and 2,36 mm respectively. From the material which remains on the sieve Nr. 8. 500 grams are weighed, and this is ground with 90 cm^3 of water during 5000 revolutions in a ball mill (fig. 7 A and B). Briquettes with a diameter and a height of 25,4 mm at a pressure of 670 kg are

immediately made from the ground mass in a briquette machine (fig. 8 A and B). The briquettes are dried for 20 hours in ordinary room temperature and then for 4 hours in a drying oven at about 100° C, after which they are placed into a desiccator and tested at the earliest 20 minutes later. The end surfaces of the briquettes are ground on fine sand paper, so that the height of the briquettes is exactly 25,4 mm, after which they are weighed. The test is carried out in an impact machine (fig. 9 A and B), consisting of a hammer weighing 1 kg, which from a height of 1 cm drops upon the briquettes once every second. Every blow is registered upon the diagram drum, and failures are considered to have occurred when the deformation is greater than 5 mm, calculated from the mean line of the diagram. The test result, forming the average in testing 12 briquettes, is indicated by the number of blows for a failure.

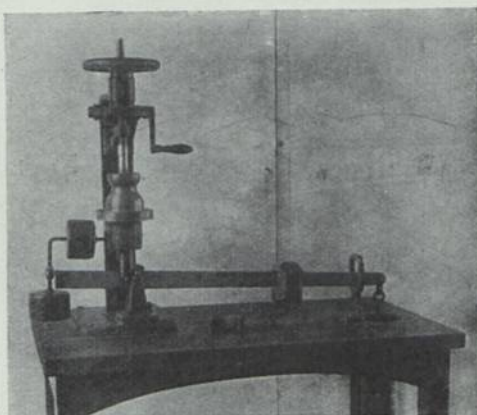


FIG. 8a. Briquette-machine

6. *Abrasion of macadam in an obliquely placed drum.* (Deval abrasion). The abrasion of the macadam in an obliquely placed drum expresses the toughness of the macadam when exposed to blows and the mutual abrasion between the various pieces of macadam, and is ascertained by the pieces of macadam being placed in an obliquely placed drum, which is given 10.000 revolutions. The abrasion is indicated in per cent of the original weight.

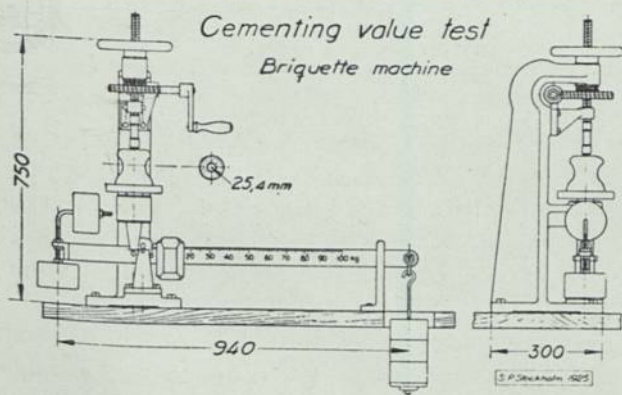


FIG. 8b

The abrasion is indicated in per cent of the original weight.

The sample submitted is broken into pieces and about 100 approximately equally

large stones with a total weight of about 10 kg are selected. The stones are washed clean and dried for 24 hours at 100° C, after which they are divided into two portions, each one consisting of about 50 stones and weighing 5 kg ± 10 grammes. Both samples are placed into separate cylinders of an abrasion machine for macadam (fig. 10 and 11) consisting of two steel drums placed at an angle of 30° to the axis of rotation, and with an inside diameter = 20 cm and an interior height = 34 cm. The machine is given 10.000 revolutions, after which the sample is

sieved on the sieve Nr. 12 with 1,6 mm free opening of meshes. The material remaining upon the sieve is rinsed with water and dried for 24 hours at about 100° C, and then weighed again. The abrasion value consisting of the material which passes through sieve Nr. 12 is indicated in per cent of the original weight.

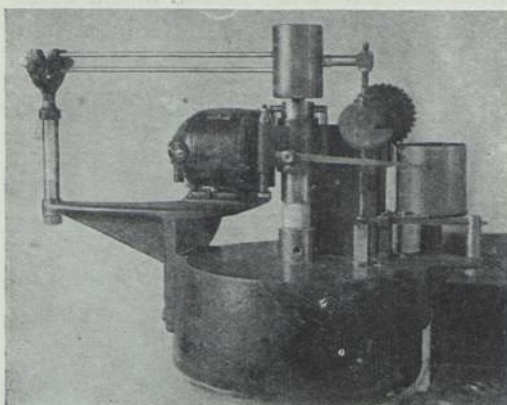


FIG. 9a. Impact machine for determination of the cementing value

7. *Abrasion of stone cores against rotary iron disc.* (Dorry hardness). The abrasion of stone cores against a rotary iron disc expresses the hardness of the material against the wearing effect of the traffic, and is ascertained on two 25 mm cores which are abraded with crushed quartz sand as an abrasive agent. The abrasion is indicated in grammes and possibly in cm^3 .

One core with a diameter of 25,4 mm is drilled at right angles to the

bedding plane of the rock from each of two stones of the sample supplied. The cores are planed at both ends first in a grinding lap and then in the testing machine until absolute tightness is obtained, after which they are weighed. They are then placed in a holder whose weight, including the specimen, is adjusted to 1250 grammes, after which they are abraded against an iron disc (fig. 12 A and B), which is given 1000 revolutions, crushed quartz sand being used (so-called normal quartz sand Nr. 2½) as an abrasive agent. The quartz sand used for the test should be of such size of grains that no more than 5 % remain upon sieve Nr. 30 with a free opening of meshes = 0,59 mm, and no more than 25 % pass through sieve Nr. 40 with a free opening of meshes = 0,42 mm.

The distance of the specimen clip from the rotation-centre of the iron disc is 26 cm.

After abrasion the cores are weighed, whereafter they are turned and abraded

Cementing value test
Impact machine

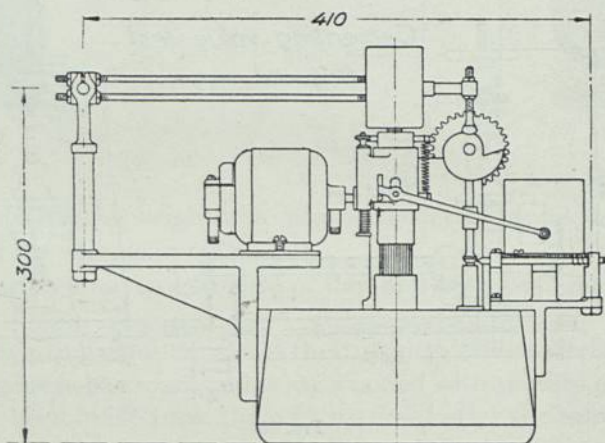


FIG. 9b

S.P. Stockholm 1925

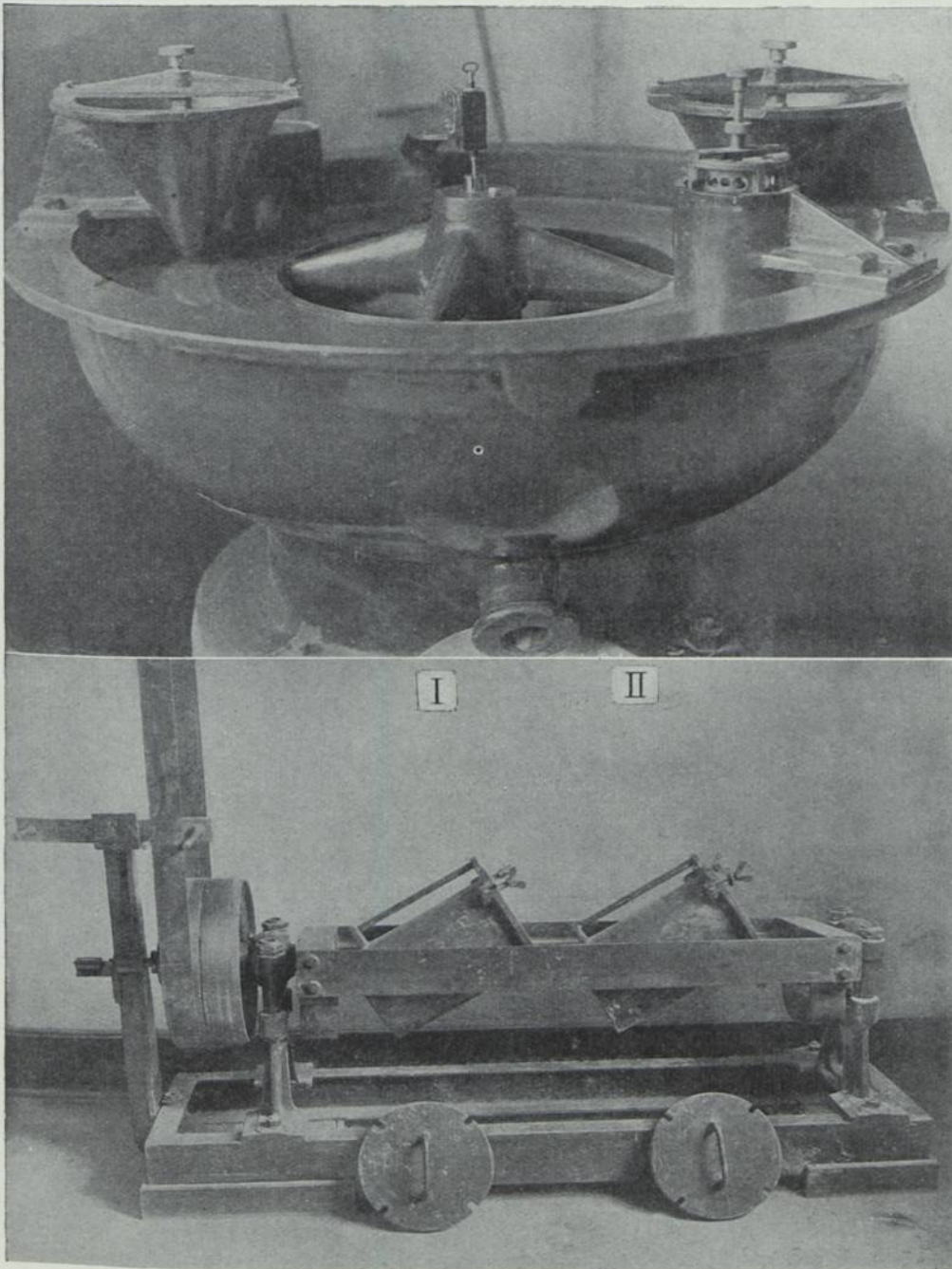


FIG. 12a. Abrasion machine (Dorry, the top figure)

FIG. 10. Abrasion drums (D e v a l)

again. The abrasion is indicated in grammes as the average number of 4 tests.

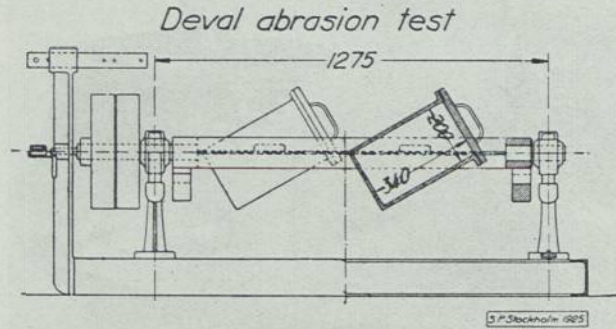


FIG. 11

metre and then from a height increased by one centimetre at every blow.

One core with a diameter of 25,4 mm is drilled at right angles to the bedding plane of the rock from each of three stones of the sample submitted. The cores are cut off and ground level at both ends so that the height of the cores is 25,4 mm.

The cores are then placed in a drop-hammer (fig. 13 A and B), which consists of an anvil with clip for a core and a weight of 2 kg which the first time drops from a height of 1 centimetre and then from a height increased by one centimetre for each blow. The test result is indicated as average number for three tests in cm drop (= number of blows) at which the specimen cracks.

9. *Compression of 50 mm cores.* (crushing strength). The compression expresses the capacity of the material to absorb static pressure, and is ascertained on drilled stone cores with a diameter and height = 50 mm. The crushing strength is indicated in kg/cm².

A core with a diameter of 50 mm is drilled at right angles to the bedding plane of the rock with a diamond drill (fig. 14) from each of three stones of the

8. *Impact Test (Toughness, Page).* The impact (toughness) expresses the capacity of resistance of the material against direct blows in crushing by the traffic, and is indicated by the height of the drop in centimetres at which a 25 mm stone core breaks under the action of a 2 kg hammer, which first drops from 1 centi-

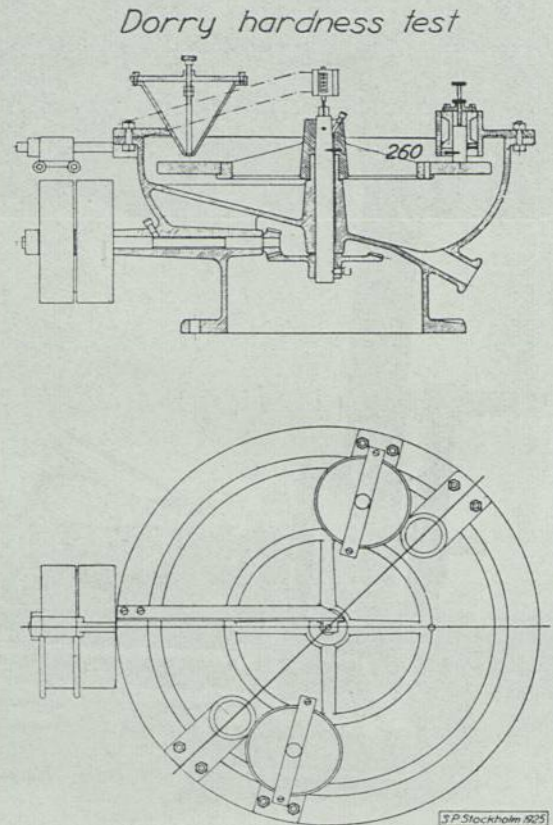


FIG. 12b

sample submitted. The cores are cut off with a stone saw (fig. 15 A and B) and ground plane at both ends so as to make the height of the cores 50 mm. Grinding is carried out with a grinding lap (fig. 16) until the planeness of the end surfaces, measured with an indicator between stops 45 mm apart, gives a value of less than 0,02 mm.

The cores are tested under pressure in a hydraulic press with a speed for increas-

Toughness test - Page impact machine

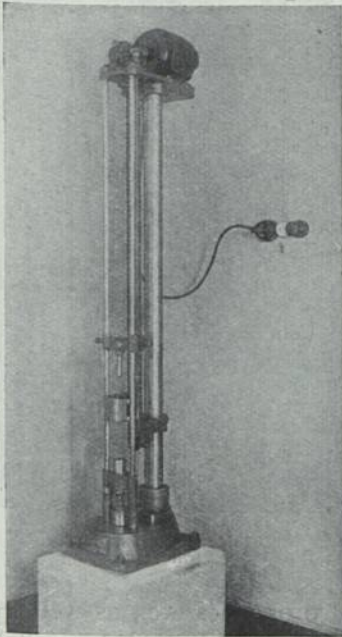


FIG. 13a. Drop-hammer (Page impact machine) for ascertaining the toughness

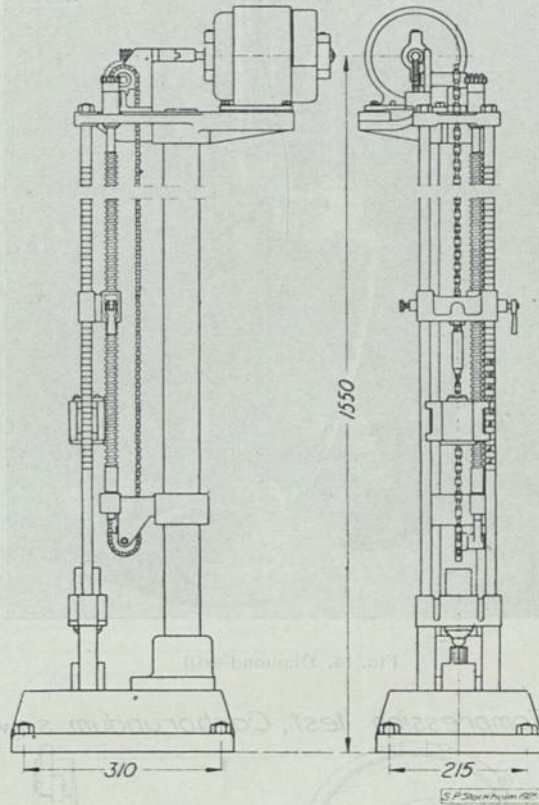


FIG. 13b

ing the pressure by about 10 kg/cm² per second. The test result forming the average of three test pressures is indicated in kg/cm².

TEST RESULTS

A large number of Swedish granites, gneises, diabases, and several other species of rock of those types which are generally used for road-making purposes have been tested with the methods described herebefore, and these rocks have come from wide-

ly different parts of Sweden, such as the West Coast, Southern Sweden, and the East Coast. A complete description of all the tests, with geological definition, ge-

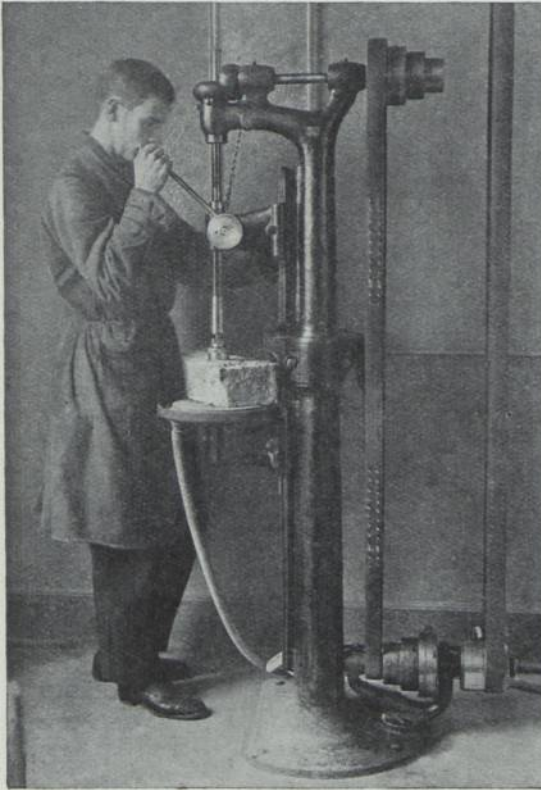


FIG. 14. Diamond-drill

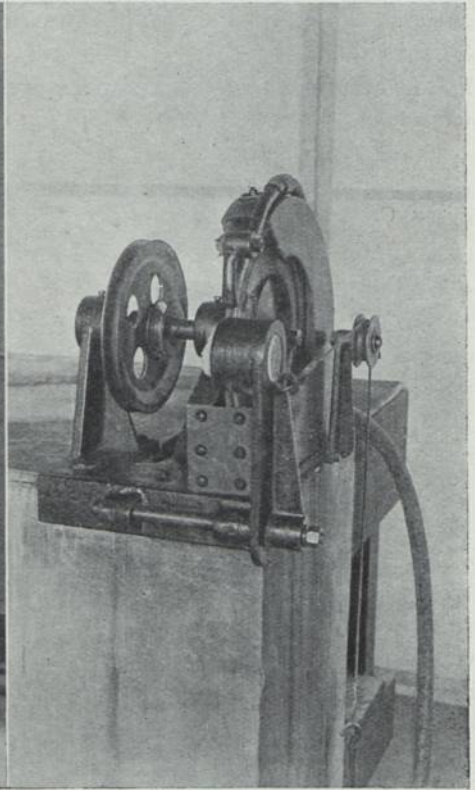


FIG. 15a. Stone-saw

Compression test, Carborundum saw

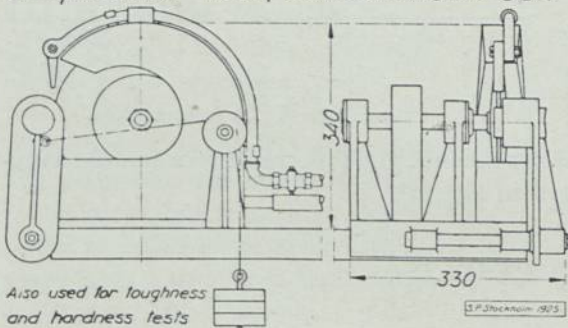


FIG. 15b

neral properties etc., as well as a detailed text and tables will be published in English in the Swedish Government Testing Institute's series of publications (for the year 1927).

The test results have been summarised in Tables I and II¹⁾, the latter for 13 granites, which have only been tested in respect of crushing strength and abrasion of stone cores. The results have been graphically presented for Table I

¹⁾ Tables I, II, IV and V are published in above mentioned publication, Stockholm, 1927.

in fig 17 and 24, and for Table II in fig. 18. In fig. 17 the results with granites, gneises and diabases have been arranged according to diminishing *compression*, (crushing-strength) which varies from about 3200 kg/cm² to about 1400 kg/cm². We find that on the whole the impact decreases with the compression from about 30 cm drop-height (30 blows) to about 8 cm (8 blows), and that the *abrasion* in an obliquely placed drum increases from about 2,0 to about 5 per cent of weight when the *compression* (crushing strength) diminishes.

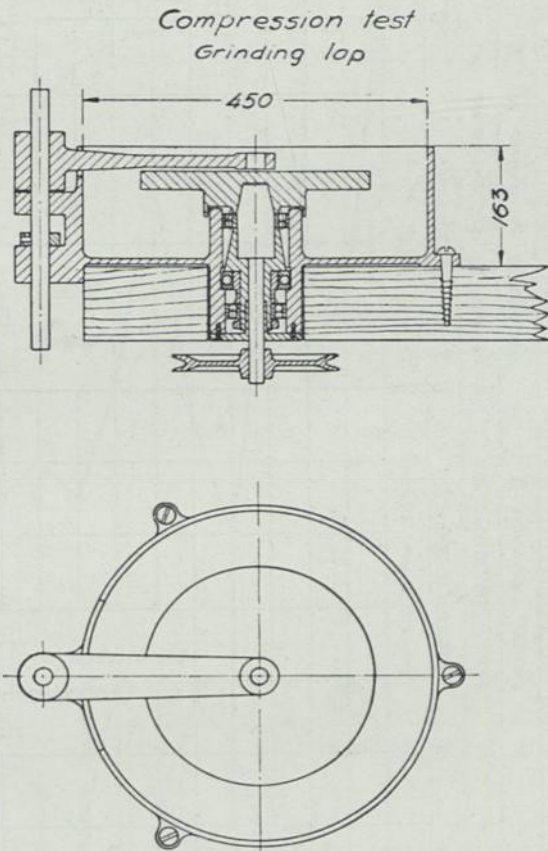
No connection between the *abrasion of stone cores* (Dorry hardness) and the other properties seems to exist. The abrasion is generally 4 to 6 grammes.

According to the American results ¹⁾ there should be a connection between the impact (toughness) and abrasion of stone cores (Dorry hardness) according to the curve fig. 19 (marked "American Results"). It is difficult to understand why such a connection should exist. The Swedish results with granites, gneises and diabases which have been drawn in as rings in fig. 19 do not at all follow the curve given. With an impact of about 8 to 30 cm drop-height (number of blows 8 to 30) the abrasion of stone cores (Dorry hardness) is about 4 to 6 grammes for the Swedish tests. On the other hand it is highly probable that there is a connection between the impact (toughness) and abrasion of macadam in an obliquely placed drum (Deval abrasion) in which

the stones are subjected or exposed to blows. For the Swedish tests, this connection is shown in fig. 20 from which it is manifest that when the impact decreases from about 30 to about 6 cm drop-height the abrasion of the stones in the drum increases from about 2 to 8 weight per cent.

A more detailed *comparison* between the results now obtained and previously made tests from other laboratories is drawn in the aforesaid Swedish publication which is in course of preparation. It may only be mentioned here that according

¹⁾ Hubbard, Prév.: „Highway Inspector's Handbook", 1919, fig. 3.



Also used for toughness and hardness tests S. H. Stockholm 1928

FIG. 16

Swedish road-building rock 1925-26
Granite, gneiss, diabase

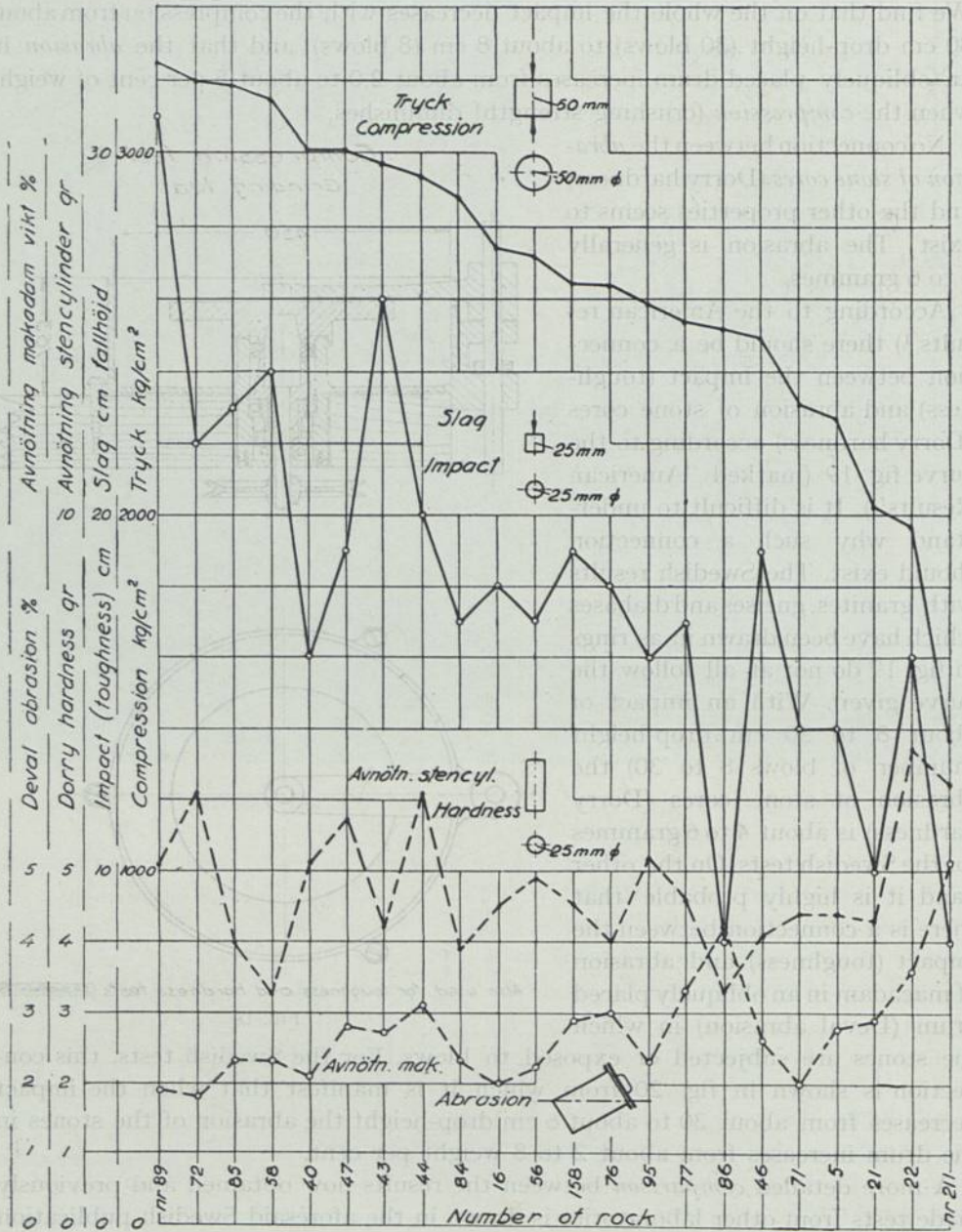


FIG. 17

Swedish road-building rock
Granite

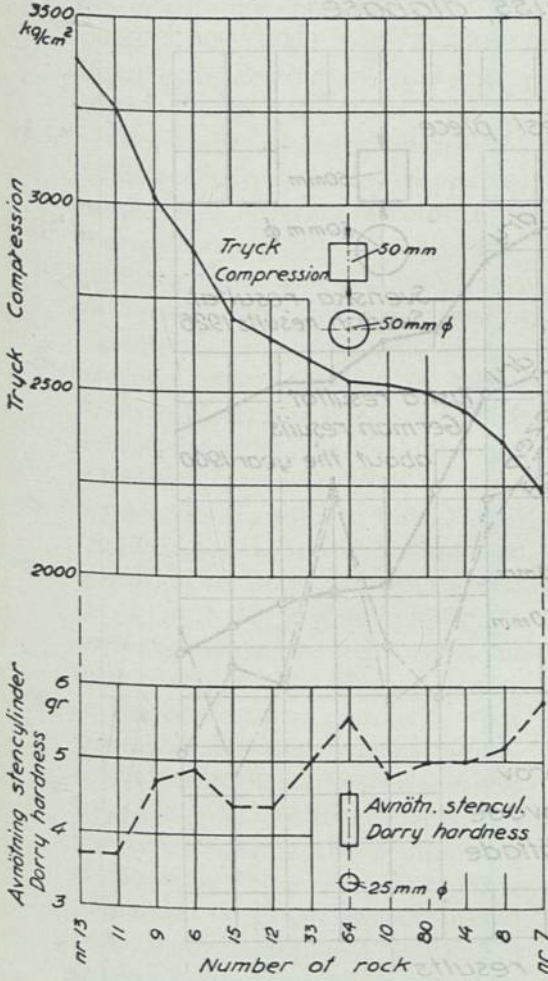


FIG. 18

to test results from the City of Paris Road Laboratory¹⁾ the Scandinavian granites would seem to have a compression (ascertained on 5 cm cubes) of about 1400 to 1900, on an average about 1740 kg/cm^2 , as compared with available results of about 1400 to 3200, on an average about 2660 kg/cm^2 .

Swedish road-building rock 1925-26
Granite, gneiss, diabase

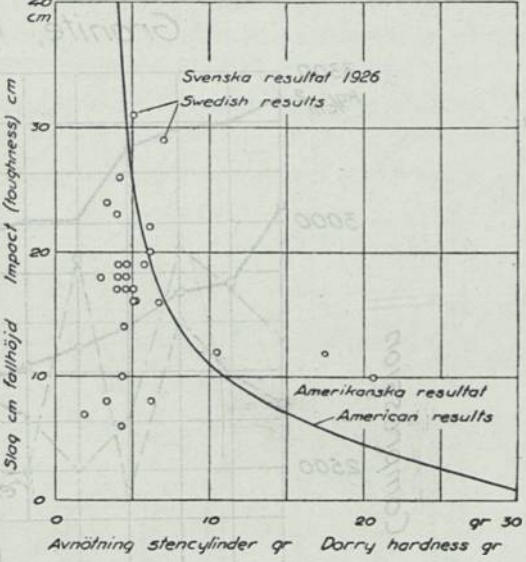


FIG. 19

Swedish road-building rock 1925-26
Granite, gneiss, diabase

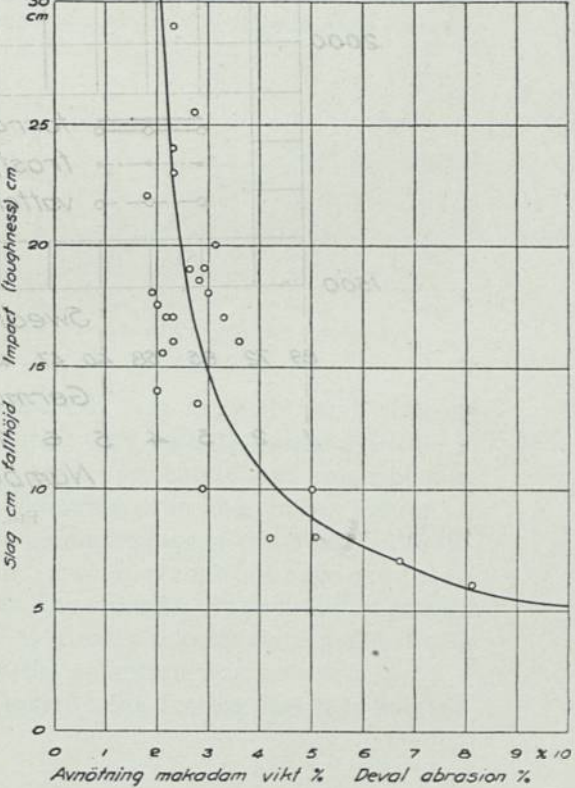


FIG. 20

¹⁾ Annales d. Ponts et Chaussées, 1913.

Swedish road-building rock Granite, gneiss, diabase

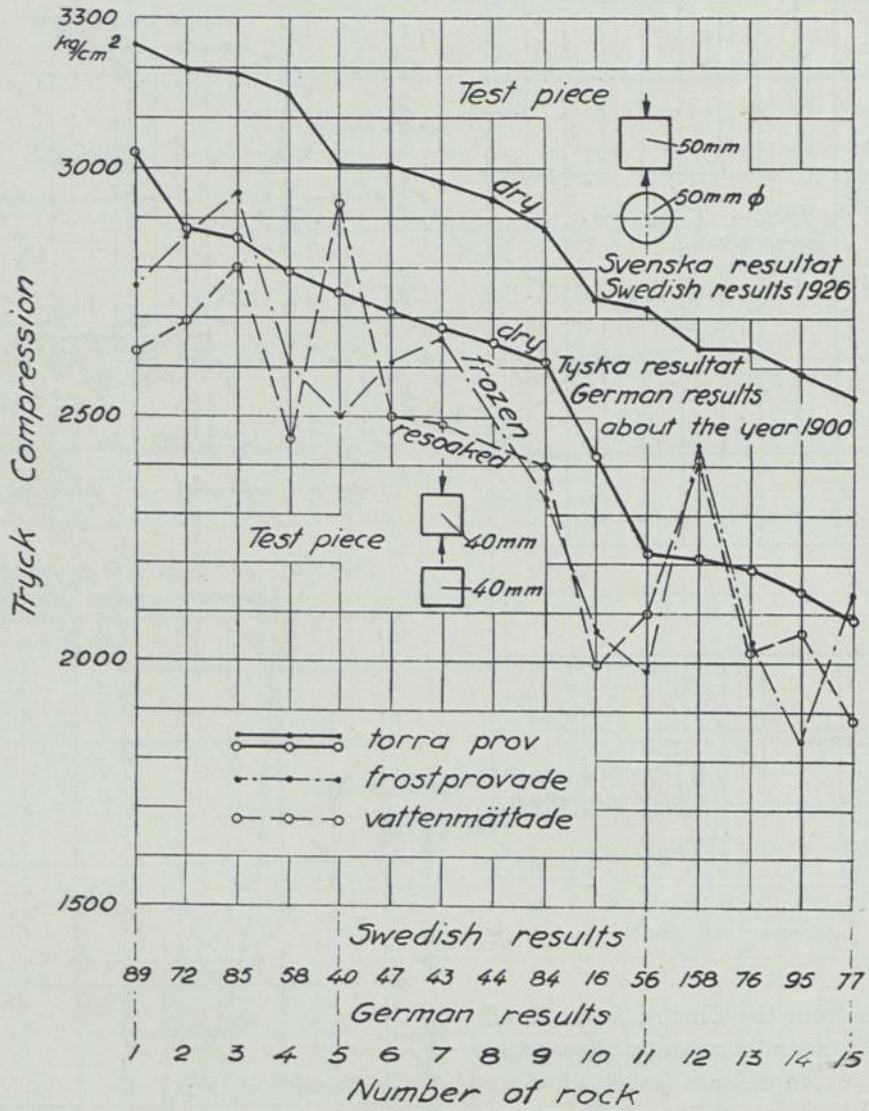
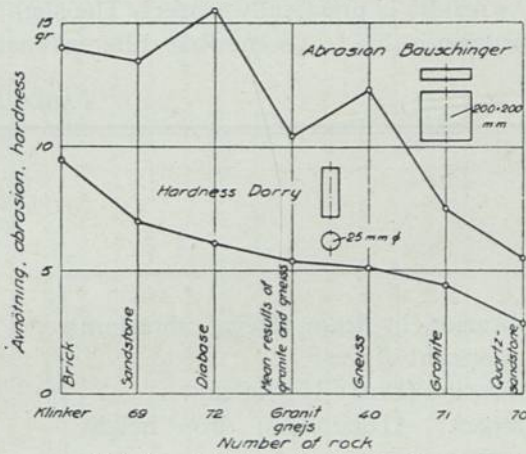


FIG. 21

Previous tests with Swedish granites and gneises carried out at the Material Testing Institute in Berlin have produced compression results (on 4 cm cubes) graphically presented in fig. 21. The fifteen best results indicate a compression of about 1100 to 3000, on an average about 2550 kg/cm², while the fifteen best now tested other Swedish granites and gneises display a compression of about 2500 to 3200, on an average about 2900 kg/cm².

Other comparisons which may be drawn between older and newer test results are intended to elucidate how an older result, e.g. abrasion according to *Bauschinger* of 20 × 20 cm slabs against a rotary iron disc, with emery as abrasive agent, is to be valued or classified in comparison with abrasion of stone cores according to *Dorry*. An investigation at the Government Testing Institute into these two methods resulted (fig. 22) in the abrasion in grammes according to *Bauschinger* (A_B) being equal to twice the abrasion according to *Dorry* (Hardness, H_D) or $A_B = 2 \cdot H_D$ in grammes (fig. 22, at the bottom). As is well known, the form or shape of the object exercises on the whole a great influence upon the result, and this explains the different results that have so frequently been obtained at different laboratories. When testing the compression of 25 mm and 50 mm specimen cores (diameter = height in both cases) 16% higher values were obtained in the case of granite with 25 mm cores than with 50 mm cores. The example



Relation between Dorry hardness and Bauschinger Abrasion for several kinds of rock

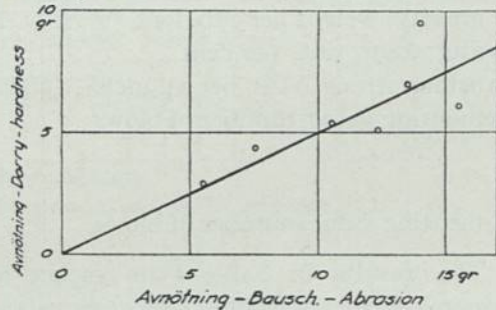


FIG. 22

illustrates the importance of introducing uniform test methods, and of using cores with a height = 1½ to twice the diameter and with the same diameter in all laboratories for determining the compression. Very careful and exact planing of the end surfaces is highly important for obtaining even and correct values.

The direction of pressure in relation to the bedding plane of the stone is also important. The compression was ascertained in 5 species of rock not only parallel to, but also at right angles to, the bedding plane, the strength of the material parallel to the bedding plane being on an average 7% greater than at right angles to the bedding plane. In the case of another test the condition was reversed.

In order to demonstrate in how far the Government Testing Institute had suc-

ceeded in elaborating test methods so as to enable the same results being obtained in tests carried out in Stockholm and Washington, D.C., U. S. A., the Testing Institute arranged with the chief of the Bureau of Public Roads in the United States, Mr. Thos H. Mac Donald, during his visit in Stockholm in the year 1926, to have a couple of the Swedish rocks tested, producing the comparative results given in the annexed Table III. From the Table it becomes manifest that the coincidence in the tests made in Washington and in Stockholm was very good. The agreement of the results is practically perfect. The slight deviation in respect of the water absorption is due to a somewhat different method.

TABLE III

	Results from	
	U. S. Bureau of Public Roads Laboratory Number 28575	Government Testing Institute Sample Number 38384
Abrasion in drum (Deval abrasion) per cent of wear	3,0	2,3
Abrasion (Dorry Hardness)	18,7 (3,9 gr)	18,7 (3,9 gr)
Impact (Toughness) drop height cm	14	17
Volume weight (Apparent specific gravity) weight per cub. foot . .	165 (2,65 kg/dm ³)	166 (2,65 kg/dm ³)
Water absorption, per cent	0,13	0,22
Crushing strength lbs. per sq. inch .	33800 (2380 kg/cm ²)	35700 (2510 kg/cm ²)
Cementing value, number of blows .	21	18 and 24 average 21
	Number 28576	Sample number 42572
Cementing value, number of blows .	49	49

The results in Table I in respect of the *volume weight (apparent specific gravity)*, *water absorption*, *cementing value* and *volume weight of the briquette* of the rocks have been summarised in fig. 24 and arranged according to the diminishing volume weight of the stone. Three diabases have a *volume weight* of about 3,0 kg/dm³, while the volume weight for all the other granites and gneisses varies between about 2,6 and 2,75 on an average 2,65 kg/dm³.

The *water absorption* varies between about 0,1 and 0,3 % of the dry weight, the lowest value being for the diabases.

The *cementing value* (curve III in fig. 24) varies between about 7 and 24 blows with one or two values dropping outside these limits, one very low, 5 blows, and one very high, 49 blows, both for *diabases*. The cementing value amounts generally to 7 to 14 blows and a special research must demonstrate why the rocks nr. 22, nr. 56. and nr. 211 possess a higher cementing value. We ask ourselves the question

Swedish road-building rock 1925-26
Granite, gneiss, diabase

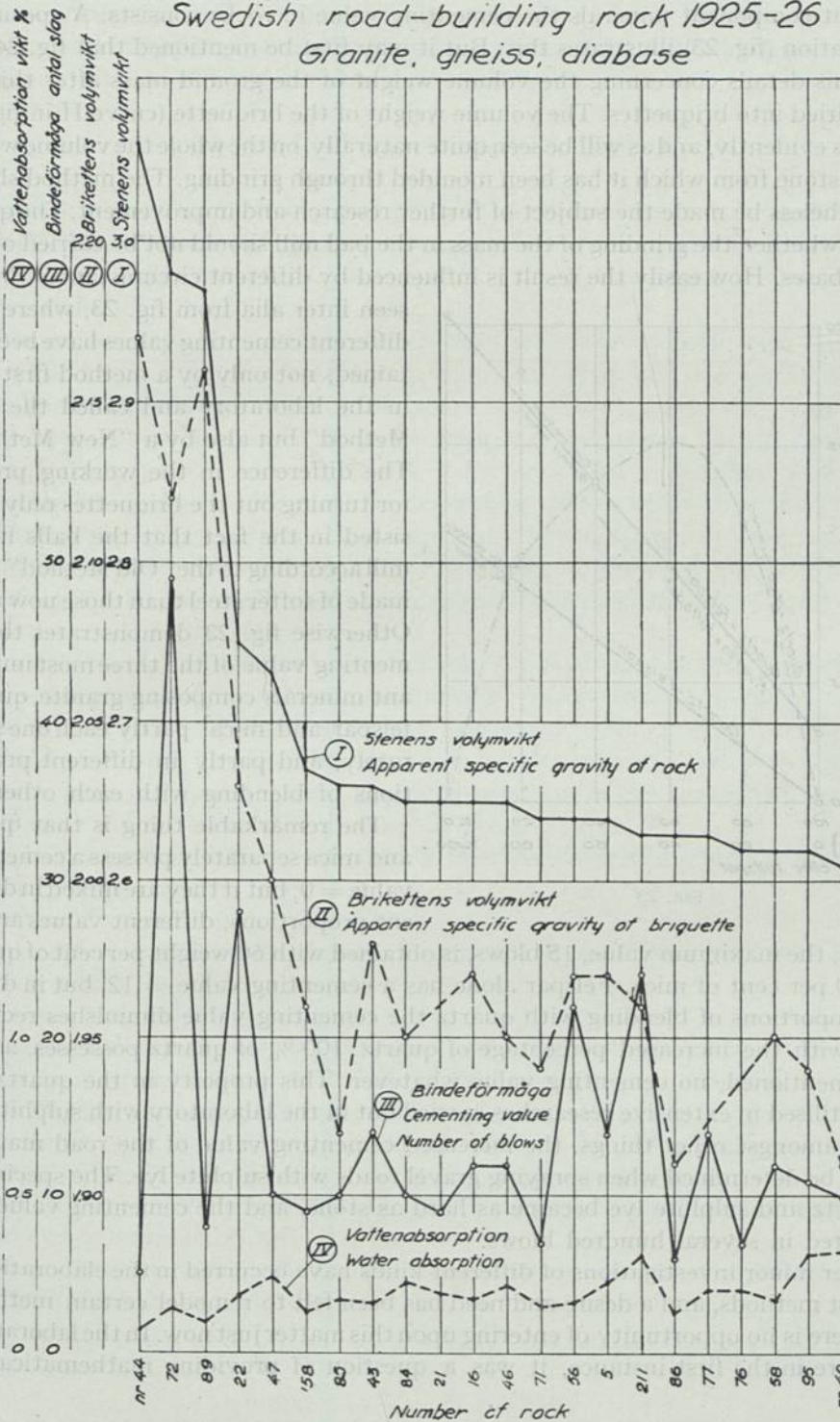


FIG. 24

of what component minerals the cementing value in rocks consists. A special investigation (fig. 23) illustrates this. But it may first be mentioned that fig. 24 also contains details concerning the volume weight of the ground mass after this has been dried into briquettes. The volume weight of the briquette (curve II in fig. 24) follows evidently, and as will be seen quite naturally, on the whole the volume weight of the stone from which it has been moulded through grinding. The method should nevertheless be made the subject of further research and improvement. The question is whether the grinding of the mass in the ball mill should not be carried out on other bases. How easily the result is influenced by different circumstances, will be

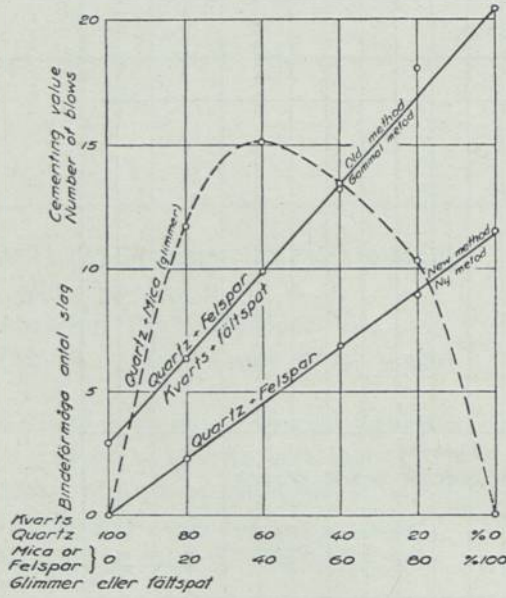


FIG. 23

seen inter alia from fig. 23, where such different cementing values have been obtained, not only by a method first used in the laboratory and called the "Old Method" but also by a "New Method". The difference in the working process for turning out the briquettes only consisted in the fact that the balls in the mill according to the "Old Method" were made of softer steel than those now used. Otherwise fig. 23 demonstrates the cementing value of the three most important minerals composing granite, quartz, felspar and mica, partly each one separately, and partly in different proportions of blending with each other.

The remarkable thing is that quartz and mica separately possess a cementing value = 0, but if they are mixed in different proportions, different values are obtained;

the maximum value, 15 blows, is obtained with 60 weight per cent of quartz and 40 per cent of mica. Felspar alone has a cementing value = 12, but in different proportions of blending with quartz the cementing value diminishes rectilinearly with the increased percentage of quartz. 100 % of quartz possesses, as has been mentioned, no cementing value whatever. This property in the quartz has been utilised in extensive researches carried out in the laboratory with sulphite lye when, amongst other things, the increased cementing value of the road material had to be determined when spraying gravel roads with sulphite lye. The specimens of quartz and sulphite lye became as hard as stone, and the cementing value was measured in several hundred blows.

Other minor investigations of different kinds have occurred in the elaboration of the test methods, and a desire and need has been felt to remodel certain methods, but there is no opportunity of entering upon this matter just now. In the laboratory, and here in the first instance, it was a question of providing mathematical re-

sults concerning the utility of the various materials for roads and streets, results which could be compared with especially the extensive English and American laboratory results and those gained from practical experience.

COMPARISON WITH FOREIGN RESULTS

In order to facilitate the comparison with American results, the test results (Table IV¹⁾) from several different *American* rocks have been summarised, and at the same time the claims have been stated which in the United States are made upon the materials.

On the last line at the bottom in Table IV the values now available from the years 1925—1926 for Swedish road-building rocks (granite, gneis and diabase) have been inserted for comparison. A study of the values immediately proves that these rocks satisfy very severe demands made in respect of suitability for road making purposes. Their relatively low cementing value (less than = 50) they share with the corresponding American rocks. The cementing value is of no importance in the use of the stone for paving stone, and needs only be ascertained in respect of stone that is to be used for macadam or as a packing layer in the wearing or bearing surface of the road. The frost and weather soundness of the rocks tested is further proved by their suitability for roads.

For comparison with *English* results Table V¹⁾ has been included, *graduation of stone material for roads on account of test results (Interpretation of the physical tests on road stones)*, culled from the previously mentioned publication by The National Physical Laboratory, Teddington. The Table has nevertheless been provided with double columns in requisite cases, indicating both the English units and the units according to the metric system used in the present paper.

The following valuation or estimate of the Swedish rocks tested will be seen from the Table:

Their water absorption is "good",
 the resistance against the abrasion of macadam in a drum is "fairly good",
 but as a rule "good",
 the cementing value "rather poor",
 the strength against abrasion of stone cores (hardness) is "good"
 the impact (toughness) is generally "good" and "very good", and
 the crushing strength is "very good".

In a similar way as the Swedish rocks according to the preceding have been the subject of research and valuation, there are researches going on at the Testing Institute in Stockholm into gravel and sand for road making. The results of these will undoubtedly be published later on.

Other researches in the Refrigerating Laboratory concern the behaviour of soils under the influence of frost.

¹⁾ Tables I, II, IV and V are published in above mentioned publication, Statens Provninganstalt, Stockholm, 1927.

STRASSENBAUMATERIAL

von

PROF. H. BURCHARTZ

M. H. Meine Ausführungen sollen sich, wie ich, um Missverständnissen vorzubeugen, im voraus bemerken möchte, lediglich auf Strassenbaustoffe natürlicher und künstlicher Art beziehen, die in Form von Pflastersteinen oder Schotter Verwendung finden, also auf Pflastersteine aus natürlichem Gestein, aus Kupfer- und Eisenhüttenschlacke und aus gebranntem Ton, sowie auf Schotter aus natürlichem Gestein und Schlacke.

Diese Stoffe unterliegen in der Strassendecke den Angriffen der Naturkräfte, d. h. den Atmosphärien Wasser, Frost, Hitze usw. und denen des Verkehrs, d. h. den Stößen durch Wagenräder und Pferdehufe, dem Druck der Fahrzeuge und der rollenden und schleifenden Wirkung der Wagenräder, zum Teil auch schon Angriffen beim Einbau, z. B. die Pflastersteine den Schlägen der Ramme und der Schotter der Pressung durch die Dampfwalze. Strassenbaustoffe müssen also, um als für Strassenbauzwecke verwendbar zu gelten, wetterbeständig, genügend druck-, verschleiss- und stossfest sein.

Entsprechend den Beanspruchungen, denen die Strassenbaustoffe in der Strassendecke ausgesetzt sind, hat man die Verfahren zur Prüfung der Stoffe auf ihre Eignung für Strassenbauzwecke derart auszubilden versucht, dass die beim Versuch ausgeübten mechanischen Einwirkungen den in der Praxis vorkommenden Kräften soweit als erreichbar nachgeahmt sind, wobei man natürlich darauf verzichten musste, die den tatsächlichen Verhältnissen vollkommen gerecht werdende Wirkungsweise zu erzielen.

Nach Massgabe der im praktischen Betriebe auftretenden Beanspruchungen kommen für die technischen Untersuchungen der in Rede stehenden Strassenbaustoffe folgende Eigenschaften in Betracht:

1. Wetterbeständigkeit,
2. Widerstandsfähigkeit gegen Druck,
3. „ „ „ Abnutzung,
4. „ „ „ Stöße und
5. „ „ „ Zertrümmern.

Für den Grad der Wetterbeständigkeit eines Naturgesteins gibt bereits der Befund der petrographischen Untersuchung einen gewissen Anhalt. Denn abgesehen davon, dass durch diese die mineralogische Zusammensetzung des Gesteins und der Gesteinsart festgestellt und damit die richtige Klassifizierung des Gesteins ermöglicht wird, liefert sie auch Aufschluss über Gefüge und Art der Kornverbindung, etwaige Anzeichen einer Lockerung des Gefüges und das Vorhandensein schädlicher Bestandteile. Zweckmässig ist es, wenn der petrographischen Untersuchung eine Besichtigung des Bruches durch einen geologischen Sachverständigen vorangeht, da oft erst dadurch eine sichere Bewertung des Gesteins möglich wird.

Einen Anhalt für die Beurteilung der Widerstandsfähigkeit gegen die Einflüsse der Witterung geben die Dichtigkeitsverhältnisse, und zwar die wahre Porosität oder der Undichtigkeitsgrad, das Wasseraufnahmevermögen und das Verhalten beim Frostversuch.

Die Gefrierprobe, die in Übereinstimmung mit den früheren Beschlüssen der internationalen Konferenzen allgemein in 25-maligem abwechselndem Gefrieren und Wiederauftauen besteht, hat für Strassenbaustoffe allerdings nur problematischen Wert, da ihre Ausführung im allgemeinen nur Zweck haben dürfte, wenn die Wasseraufnahme des Materials ein gewisses Mass, etwa 0,5 %, überschreitet. Einen weiteren Anhalt für den Grad der Frostbeständigkeit liefert nach Untersuchungen von Hirschwald der sogenannte Sättigungskoeffizient, d. h. der Quotient aus der Wasseraufnahme bei Unterdruck und der Wasseraufnahme bei Überdruck. Beträgt dieser Koeffizient mehr als 0,8, dann ist das Gestein nicht mehr als frostbeständig anzusehen. Jedoch auch die Bestimmung des Sättigungskoeffizienten erübrigt sich ebenso wie die Ausführung der Gefrierprobe, wenn die Wasseraufnahme gleich oder kleiner als 0,5 % ist.

Bei Pflastersteinen oder Schotter aus Kupferschlacke und Eisenschlacke, der sogenannten Hochofenstückschlacke — auch Block- oder Klotzschlacke genannt, — bedarf es keiner besonderen Prüfung auf Wetterbeständigkeit; denn diese Schlacken sind ausserordentlich dicht und haben nur sehr geringes Wasseraufnahmevermögen.

Dagegen wäre bei der Hochofenschlacke festzustellen, ob sie beständig ist, d. h. nicht zum Zerfallen oder Zerrieseln neigt. Eine einfache Probe gibt nach Untersuchungen von Dr. Guttman über diese Eigenschaften Aufschluss, nämlich die Untersuchung in ultraviolettem Licht bei gleichzeitiger Beobachtung von Schlackenstücken bei mehrstündiger Lagerung im Wasser.

Pflastersteine aus gebranntem Ton, also sogenannte Pflasterklinker, müssen zur Feststellung ihrer Wetterbeständigkeit ebenso wie solche aus Naturgestein auf Dichtigkeitsgrad, Wasseraufnahme und Verhalten bei 25-maligem Gefrieren geprüft werden. Ob und inwieweit das Verfahren der Bestimmung des Sättigungskoeffizienten auf Klinker anwendbar ist, d. h. ob dieser Beiwert einen zuverlässigen Schluss hinsichtlich der Frostbeständigkeit auch der Klinker zulässt, entzieht sich der Beurteilung, da Erfahrungen nach dieser Richtung nicht vorliegen. Jedenfalls wird man aber Klinkern eine grössere Wasseraufnahme als 0,5 % zu-

billigen müssen, ohne sie deshalb als frostunbeständig anzusehen, da Klinker nach den vorliegenden Versuchsergebnissen durchweg höhere Wasseraufnahme als Hartgesteine besitzen und sich trotzdem als gutes brauchbares Pflastermaterial erwiesen haben.

Obgleich die Beanspruchung der Strassenbaustoffe, sei es der Pflastersteine oder des Schotters, durch Druck nur in seltenen Fällen ein hohes Mass erreicht, vielmehr meist verhältnismässig gering ist, wird man die Bestimmung der Druckfestigkeit nicht entraten können; denn die Prüfung auf Druckfestigkeit ist der einzige Versuch, dessen Ergebnis zahlenmässigen Aufschluss über die Festigkeit des Gefüges und die Stärke des Zusammenhanges des Materials gibt. Sie ist ausserdem leicht durchzuführen.

Ebenso wichtig wie die Druckfestigkeit ist die Widerstandsfähigkeit der Strassenbaustoffe, insbesondere der Pflastersteine gegen die abschleifende und abreibende Einwirkung der Wagenräder. Zur Bestimmung dieser Eigenschaft dient der Abnutzungsversuch, der in den verschiedenen Ländern nach verschiedenen Verfahren durchgeführt wird. Selbst in Deutschland sind verschiedene Verfahren in Gebrauch, nämlich die Verfahren nach Bauschinger, Böhme und Amsler-Laffon. In anderen Ländern wird die Abnutzungsscheibe nach Dorry verwendet. Alle diese Verfahren ähneln sich in ihrer Wirkungsweise.

Ein anderes Verfahren, das nicht auf Beanspruchung durch Schleifen beruht, ist die von Gary ersonnene Prüfung mit dem Sandstrahlgebläse. Dies Verfahren empfiehlt sich besonders deshalb, weil es sehr schnell durchzuführen ist.

Ein besonderes in mehreren Ländern gebräuchliches Verfahren der Abnutzungsbestimmung ist das nach Deval, nach dem der Schotter in einer schräg gestellten zylindrischen Trommel unter Aufwendung einer bestimmten Anzahl Umdrehungen einen mehr oder minder grossen Verschleiss erfährt, ein Vorgang, der der Beanspruchung des Schotters beim Einwalzen und bei dem Verkehr entsprechen soll, aber wohl kaum einer solchen Beanspruchung gleich kommt. Die Menge des sich hierbei bildenden, durch ein Sieb bestimmter Maschenweite gehenden Staubes ist das Mass für die Abnutzbarkeit. Dieser Versuch ist keine Material- sondern Konstruktionsprüfung, da nicht ein in Form, Gestalt und Grösse gleichartiges Versuchsmaterial zur Untersuchung gelangt. Gegen das Verfahren wird geltend gemacht, dass sich vom Beginn des Versuches an Staub auf die Steinstücke und die Trommelwandungen legt und, gewissermassen als Polster wirkend, die weitere Abnutzung beeinträchtigt oder wenigstens unkontrollierbar beeinflusst. Von verschiedenen Seiten ist daher vorgeschlagen worden, die Trommel derart auszubilden, dass der sich bildende Staub von einer bestimmten Korngrösse an sich selbst aus der Trommel ausscheidet.

Für die Prüfung von Pflasterklinkern auf Abnutzung und gleichzeitig Zähigkeit ist in Amerika eine ähnliche Einrichtung, nämlich der Rüttler, Bauart Talbot, ein kugelmühlenartiger Behälter, der zur Erhöhung der Beanspruchung noch mit Stahlkugeln beschickt wird, in Gebrauch.

Eine Kombination der Abnutzungsprobe nach Verfahren Deval mit einer Schlagprobe ist die Prüfung von Schotter in einer sich wagerecht drehenden Trommel mit wellenförmig gestaltetem Mantel. Sie ist in Deutschland unter der Bezeichnung als Prüfung auf Kanten- und Stossfestigkeit eingeführt und wird in der Weise vorgenommen, dass eine bestimmte Menge Schotter ohne irgend welche Beigabe von Stahlkugeln in der Trommel eine bestimmte Zeitlang gekollert wird. Dadurch, dass die Schotterstücke hierbei gegeneinander und sich überstürzend gegen die Wandungen des Trommelmantels schlagen, erfährt der Schotter eine mehr oder minder weitgehende Zerkleinerung, und zwar werden nicht nur die Kanten und Ecken infolge Reibung abgenutzt, sondern auch die Schotterstücke durch die Schläge zersplittert. Die Menge zerkleinertes Material, das durch ein 7-mm-Maschen-sieb hindurchgeht, ist der Massstab für die Widerstandsfähigkeit gegen Abnutzung und Stossbeanspruchung. Dieses Verfahren, das eine kombinierte Verschleiss- und Zähigkeitsprobe darstellt, war in Deutschland ursprünglich zu dem Zwecke ausgebildet worden, die Widerstandsfähigkeit von Schotter, der als Gleisbettungsstoff Verwendung findet, gegen den Schlag mit der Stopfhacke und die im Eisenbahnbetriebe durch die Fahrzeuge verursachten Stösse festzustellen, bei welcher Beanspruchung natürlich in erster Linie die Kanten und Ecken der Schotterstücke in Mitleidenschaft gezogen werden. In ähnlicher Weise wird auch der Schotter in der Strassendecke durch Stösse usw. beansprucht. Das Verfahren ist ebenso wie die Deval-Probe eine Konstruktionsprüfung.

Das gleiche Verfahren kann auch bei Materialien angewendet werden, die in Form von Pflastersteinen, gleichgültig, aus welchem Material sie bestehen, — ob aus Naturgestein, Schlacke oder gebranntem Ton — Verwendung finden. In diesem Falle werden aus den Pflastersteinen würfelförmige Stücke von 4 cm Kantenlänge herausgeschnitten, getrocknet, gewogen und ebenfalls eine bestimmte Zeitlang gekollert. Der hierbei eintretende Gewichtsverlust ist das Mass für die Kanten- und Stossfestigkeit.

Soll lediglich die Widerstandsfähigkeit gegen Stösse und Schläge, d. h. die Zähigkeit oder Sprödigkeit festgestellt werden, so geschieht dies durch Schlagversuche in besonders hierzu gebauten Schlagwerken an würfelförmigen oder zylindrischen Probekörpern. Die in den verschiedenen Ländern gebräuchlichen Verfahren der Zähigkeitsprüfung stimmen im Prinzip überein.

In Deutschland und Österreich ist das Verfahren Föppl in Gebrauch. Ein Bär von 50 kg Gewicht wird auf das Probestück (Würfel von 3,5 oder 4 cm Kantenlänge) fallen gelassen. Begonnen wird mit einer Schlagarbeit von 2 cm/kg für 1 cm Baustoff. Nach jedem Schlage wird die Fallhöhe um das gleiche Mass gesteigert, und zwar so lange, bis das Probestück zertrümmert ist. Das gleiche Verfahren ist in England gebräuchlich.

Um Schotter, der in der Strassendecke zunächst bereits beim Einbau unter der Dampfwalze der gleichzeitigen Beanspruchung durch Druck und Zertrümmern bzw. Abnutzen und später im Betriebe ausser diesen Beanspruchungen noch Stössen ausgesetzt ist, auf Widerstandsfähigkeit gegen diese vielseitigen Beanspruch-

ungen insgesamt zu prüfen, haben Hirschwald und Brix den Presswalzversuch und zu dessen Ausführung die Walzenpresse vorgeschlagen. Die Versuchsausführung ist folgende:

Auf einen mit einer dreifachen Lage des zu prüfenden Schotters angefüllten Presskasten wird ein Zylindersegment durch eine Druckpumpe niedergedrückt und der Presskasten durch einen horizontal liegenden Zylinder mittels Pumpenantrieb hin und her bewegt, wobei das Material mehr oder weniger stark zertrümmert wird. Durch Eingiessen von Wasser in den Presskasten bis zur Oberfläche des eingewalzten Schotters wird der Porenraum zwischen dem Schotter bestimmt und durch Absieben die Korngrösse des zerkleinerten Schotters mit der des Schotters im Urzustande verglichen. Dieses Verfahren hat sich jedoch wegen der Kostspieligkeit der Versuchseinrichtung und der Umständlichkeit des Versuches nicht einbürgern können.

Statt seiner empfiehlt sich das Verfahren, das in Deutschland Rudeloff zur Prüfung von Gleisbettungsstoffen, also von Schotter, auf Widerstandsfähigkeit gegen den durch die Belastung der Fahrzeuge erzeugten Druck ausgebildet hat. Das Verfahren besteht darin, dass eine bestimmte Menge Schotter in einem zylindrischen eisernen Behälter mittels eines Stempels mit einer bestimmten Last (20 000 kg) gepresst und der Grad seiner Zertrümmerung durch Siebanalyse festgestellt wird.

Dieses Verfahren kann ohne weiteres auf Strassenschotter übertragen werden, da bei dem Versuch die Schotterstücke ebenso wie in der Strassendecke gegeneinander verschoben und gerieben und hierdurch mehr oder weniger stark zermalmt werden. Es ist also besonders zur Prüfung von Strassenschotter geeignet.

Ein ähnliches Verfahren ist, soweit bekannt, auch in Holland zur Prüfung von Schotter in Gebrauch.

Ein besonderes, in Amerika und England gebräuchliches Verfahren ist die Prüfung von Gesteinsstaub auf Verkittungsvermögen. Bekanntlich bildet sich durch das Gegeneinanderreiben der Schotterstücke und durch die Abnutzung unter dem Verkehr Staub, der je nach der Art des Gesteins mehlig oder sandig ist und im feuchten Zustande eine mehr oder weniger fest kohärierende Masse bildet. Diese Kohäsionskraft oder Kittfestigkeit soll von Einfluss auf den Bestand der Strassendecke sein.

Zur Ermittlung der Kittfestigkeit werden 0,5 kg zerkleinertes Gesteinsmaterial von einer Korngrösse geringer als 1,27 mm unter Zusatz von 90 gr. Wasser in einer Kugelmühle 2 1/2 Stunden gemahlen und danach zu einem steifen Brei verarbeitet. Aus dem Brei werden zylindrische Körper von 2,6 cm Durchmesser und 2,6 cm Höhe unter Anwendung eines Druckes von 132 kg/cm² geformt und dann getrocknet. In einem Schlagwerk besonderer Bauart erhalten die Zylinder soviel Schläge aus 1 cm Höhe, bis sie zerstört werden. Die Zahl der Schläge, die hierzu erforderlich sind, ist das Mass der Kittfestigkeit.

Ergänzend bemerken möchte ich noch, dass von Professor Gaber in Karlsruhe eine besondere Versuchseinrichtung ersonnen worden ist, die eine gleichzeitige

Schleif- und Stossbeanspruchung ermöglicht. Das Verfahren bedarf jedoch weiterer Erprobung, ehe seine allgemeine Einführung empfohlen werden kann.

Im übrigen dürften weitere Fortschritte auf dem Gebiete der technischen Prüfung von Strassenbaumaterial in den letzten Jahren nicht zu verzeichnen sein.

Meine Ausführungen fasse ich dahin zusammen, dass, um zuverlässige Unterlagen für die Beurteilung der Güte und Brauchbarkeit eines Gesteinsmaterials für Strassenbauzwecke zu gewinnen, *Pflastersteine*, sei es, dass sie aus natürlichem Gestein oder künstlichem Material, wie Schlacke oder Klinker, bestehen, mindestens geprüft werden sollen auf:

1. Petrographische, Gefüge- und Bruchflächenbeschaffenheit (die petrographische Untersuchung fällt natürlich für Schlacken- und Klinkerpflastersteine fort),
2. Raumgewicht und spezifisches Gewicht,
3. Wasseraufnahme,
4. Druckfestigkeit,
5. Abnutzbarkeit,
6. Kanten- und Stossfestigkeit,

und *Schottermaterial* auf:

1. Petrographische, Gefüge- und Bruchflächenbeschaffenheit,
2. Raumgewicht und spezifisches Gewicht,
3. Wasseraufnahme,
4. Druckfestigkeit,
5. Kanten- und Stossfestigkeit,
6. Widerstandsfähigkeit gegen Zertrümmern.

Nur in Fällen, in denen der Befund der petrographischen Untersuchung oder das Ergebnis der Prüfung auf Wasseraufnahme die Wetterbeständigkeit des Materials als unsicher erkennen lässt, wäre auch die Ausführung der Gefrierprobe und die Bestimmung des Sättigungskoeffizienten zu berücksichtigen.

DISKUSSION

Oberbaurat Ing. SPINDEL, Innsbruck

Der Abnutzungswiderstand ist eine der wichtigsten Eigenschaften von Strassenbaumaterial, und ist ebenso wie bei den Metallen durch ziffernmässige Gütewerte gut festzustellen. Es muss jedoch bedacht werden, dass die Güteziffern, die bei einem bestimmten Abnutzungsprüfverfahren erhalten werden, keine absolute, sondern nur relative Werte sind, welche von den der Prüfung zugrundegelegten „Verschleissfaktoren“ abhängen, nämlich:

- a. Beschaffenheit der ursprünglichen Oberfläche.
- b. Mit oder ohne Schmierung (Teerung u.s.w.) .
- c. Einwirkung schädlicher Gase und Wässer.
- d. Gleitgeschwindigkeit (beim Gleiten, Rollen, Stossen, u.s.w.).
- e. Spezifischer Druck.

Wenn nun ein Material bei *genormten festen Werten* für a bis d geprobt wird, so wird es eben für jene Fälle, die praktisch ähnliche Beanspruchung haben, zutreffende Güterwerte liefern, für gewisse andere Fälle aber unbrauchbare Ergebnisse, bzw. eine unrichtige Reihenfolge in der Bewerking der zu vergleichenden Materialien ergeben.

Im Mater. Prüf. Labor. der Bundesbahndirektion Innsbruck wurde die Ab-

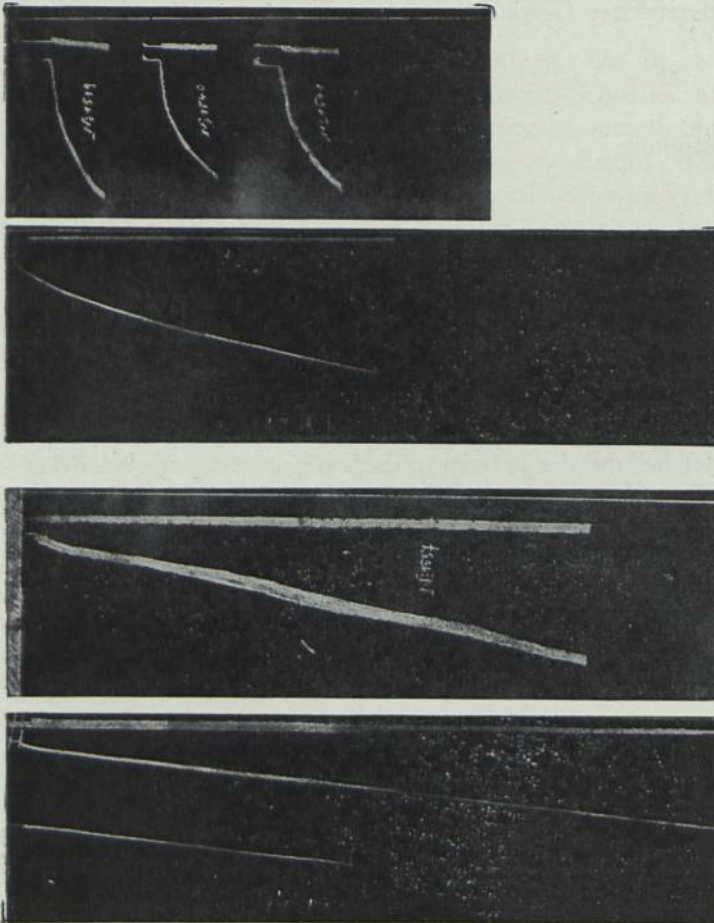


Abb. 1

nutzung ebenso wie bei Eisen und Stahl durch Gleiten von Stahl auf dem Gesteinsprüfische geprobt, welches Prüfverfahren beim Schotter eine sehr gute Übereinstimmung zwischen dem Verhalten im Betriebe und auf der Abnutzungsprüfmaschine ergab. Es ist, ebenso wie bei den Metallen angezeigt, die Abnutzung bei verschiedenen spezifischen Drucken und insbesondere bei *verschiedenen Gleitgeschwindigkeiten* durchzuführen, da ein Material bei langsamer, ein anderes bei höherer Gleitgeschwindigkeit seine kritischen Abnutzungswerte erhält.

Abb. 1 zeigt einige Abnutzungsdiagramme von verschleissfestem und nicht verschleissfestem Kalk-

stein, bzw. Granit. Näheres über dieses Prüfverfahren vergl. Vortrag Spindel A₇:

Ing. SCHLYTER, Stockholm

Die Frage der Abnutzung ist eine der schwierigsten. Sie ist noch lange nicht gelöst. In meinem Vortrage hatte ich nicht Zeit zu erwähnen, dass das Materialprüfungsamt in Stockholm noch ein anderes Abschleifverfahren mit Schmirgeltuch, hauptsächlich zur Bestimmung der Abnutzung von Linoleum, Leder und ähnlichem Material, auch von Holz, ausgearbeitet hat. Ausserdem ist in Schweden von Brinell eine Abschleifmaschine für Stahl und Eisen erfunden worden. Aus demselben Grunde, der Zeit wegen, wurde nicht erwähnt, dass die Schwedische Studiengesellschaft für Strassenbau bei dem Materialprüfungsamt eine kreisförmige Bahn gebaut hat, auf welcher z. B. ein Motorfahrrad mit einer Geschwindigkeit von 40 K.M. per Stunde läuft. Das Fahrrad ist dabei fest mit Zentrum der Bahn verbunden. Es können verschiedene Strassenbeläge mit Anwendung verschiedener Gummireifen oder Räder geprüft werden. Auch kann die Vorrichtung zur Prüfung von Gummireifen benutzt werden.

Wie Sie hören, ist das Thema viel zu vielseitig, um in dieser kurzen Zeit ordentlich besprochen werden zu können.

Prof. BURCHARTZ

Das Verfahren der Prüfung auf Abschleifbarkeit ist für Strassenbaustoffe wohl anwendbar und liefert durchaus brauchbaren Effekt, da die Stoffe im Betriebe im wesentlichen im gleichen Grade beansprucht werden. Man darf aber nur die Abnutzungswerte gleichartiger Stoffe mit einander vergleichen, und nicht solche verschiedener, z. B. nicht die der Hartgesteine mit den von weichen Stoffen, wie Linoleum.

An Herrn Prof. Schlijter möchte ich die Frage richten, aus welchem Grunde man von den würfelförmigen Probekörpern für den Druckversuch abgegangen, und zu zylindrischen Körpern übergegangen ist.

Ing. SCHLYTER

Es freut mich, dass Herr Professor Burchartz die Frage der Grösse der Prüfkörper zur Diskussion bringt. Wir verwenden zylindrische Prüfkörper mit 50 mm Durchmesser = Höhe, teils um, wie gesagt, unsere Ergebnisse mit denen des Bureau of Public Roads vergleichen zu können, teils um der einfacheren Probepreparation der Prüfkörper willen. Es ist natürlich viel leichter, einen Zylinder auszubohren, was in einigen Minuten geht, als Würfel mit ebenen Flächen auszuschneiden, was Stunden in Anspruch nimmt. Der Durchmesser könnte meines Erachtens kleiner gewählt werden, aber nicht grösser als 5 cm. Man stösst dann auf grosse Schwierigkeiten betreffend Abschleifung der Endflächen. Wenn diese

nicht peinlich genau abgeschliffen sind, was mit Feinmessinstrumenten festzustellen ist, kann man alle Werte der Druckfestigkeit zwischen 500 und 3000 K. G./cm² erhalten. Solche Prüfungen sind wertlos. Meines Erachtens müsste aber der Internationale Verband für die Mat. Prüfungen eine grössere Höhe im Verhältnis zum Durchmesser feststellen, z.B. $H = 1,5$ oder $2 D$.

RAPPORTS DE LA SECTION C
(DIVERS)

OBSERVATIONS SUR LES MESURES DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT DES HUILES DE GRAISSAGE

par

PAUL WOOG

Professeur à l'École Nationale Supérieure du Pétrole (Université de Strasbourg)

L'idée d'apprécier l'efficacité d'un lubrifiant au moyen d'un appareil mécanique est toute naturelle et sa réalisation a été tentée depuis fort longtemps. Il serait en effet précieux de pouvoir classer les lubrifiants, au point de vue de leurs qualités graissantes réelles, par un coefficient correspondant à leur valeur pratique, nombre qui permettrait en outre de juger de l'intérêt des différents facteurs que l'analyse chimique ou l'examen physico-chimique nous font connaître.

Il est admis, d'une manière courante, que de tels appareils d'essais existent, et beaucoup de personnes attachent encore de l'importance aux renseignements fournis par les „frictomètres”.

Nous désirons attirer l'attention sur l'absence de valeur générale de semblables essais mécaniques, sur les erreurs importantes qui peuvent résulter de l'emploi de frictomètres, et montrer que les déterminations de coefficients de friction ne peuvent avoir une signification que dans un cadre restreint, bien précisé, et à condition d'interpréter convenablement les expériences.

Pour comprendre les phénomènes qui se passent dans un frictomètre, il est indispensable d'avoir présent à l'esprit les différentes formes sous lesquelles peut s'exercer le frottement. Il est bien entendu que l'on considère ici le frottement de glissement, le frottement de roulement n'étant pas en cause.

Nous rappellerons d'abord les trois formes essentielles du frottement de glissement :

A. *Frottement direct, sec, immédiat*, correspondant à un *graissage nul*.

Les pièces frottent *directement* l'une sur l'autre, les surfaces sont à vif, entièrement propres, et aucune matière étrangère solide, liquide ou gazeuse n'est interposée. Ce cas, important en théorie, est exceptionnel en pratique, en dehors des cas de freinage ou de recherche d'adhérence, car il serait infailliblement suivi de grippage.

B. *Frottement lubrifié, gras ou onctueux*, correspondant au *graissage imparfait ou onctueux*.

Les pièces ne sont plus en contact direct, mais séparées par une couche adhérente

et mince de substances diverses. L'épaisseur de cette couche lubrifiante est très faible; elle ne comprend qu'un nombre limité d'assises moléculaires (épilamen) qui prolongent en quelque sorte les surfaces solides sur lesquelles elles sont fixées. La friction est exclusivement supportée par les molécules du lubrifiant orientées et immobilisées sur les surfaces, et les propriétés intrinsèques des molécules du lubrifiant jouent un rôle capital sur la valeur du frottement. De plus, la friction est influencée par la *nature des surfaces solides* sous-jacentes.

C. *Frottement fluide, médiateur, visqueux*, correspondant au *graissage hydrodynamique ou parfait*.

Les surfaces frottantes sont et restent maintenues entièrement séparées l'une de l'autre par une *lame continue et d'épaisseur notable* d'un lubrifiant visqueux qui fait corps avec elles. Ici, la friction s'effectue au sein même du lubrifiant, au milieu de la couche fluide, entre les molécules libres de celle-ci, à une distance des surfaces qui, ramenée à l'échelle moléculaire, est relativement grande, de telle sorte que *l'influence des surfaces disparaît tout à fait*. La résistance au mouvement, qui peut être fort réduite, a uniquement pour origine le frottement interne ou viscosité du lubrifiant. La lame fluide interposée entre les surfaces frottantes et sur laquelle *flotte* la pièce mobile, doit être entretenue sous une pression convenable, soit par un moyen auxiliaire (pompe à huile), soit par le mouvement même des pièces mobiles qui, en se déplaçant, et grâce au jeu, forcent le lubrifiant à s'insinuer en coin droit ou courbe entre elles.

Dans toute machine, les frottements relèvent donc des formes (B) et (C).

Au point de vue du frottement, la qualité du lubrifiant qui intervient dans le graissage parfait (C) est exclusivement la *viscosité*; dans le graissage imparfait (B) c'est au contraire *l'onctuosité* (appelée encore graissivité ou oléosité) qui joue le rôle essentiel. Les rapports qui lient la viscosité au graissage parfait relèvent de l'analyse mathématique et correspondent aux lois de l'hydrodynamique. La valeur de l'onctuosité est, comme nous l'avons déjà dit, fonction de diverses propriétés physico-chimiques et mécaniques des molécules lubrifiantes recouvrant les surfaces solides, ces dernières agissant elles-mêmes sur l'épilamen.

La lame mince onctueuse (epilamen) se forme toujours, mais elle n'est utilisée que lorsque la friction imparfaite étant mise en jeu, cette friction s'exerce au niveau même des épilamens. Si la friction est de la forme parfaite, c'est uniquement la viscosité du lubrifiant qui agit tandis que l'onctuosité reste latente, inutilisée, dissimulée au niveau des surfaces solides, mais prête à intervenir si la friction imparfaite vient à se manifester.

Examinons maintenant ce qui se passe dans les frictomètres courants:

La plupart de ces appareils comportent une pièce (axe, arbre, plateau) baignée de lubrifiant et à laquelle on imprime un déplacement assez rapide. Sur cette pièce glisse un palier ou une semelle supportant une pression déterminée. L'essai consiste à mesurer la force qui, dans ces conditions, tend à entraîner la partie frottante sur l'organe mobile. On admet ainsi que le lubrifiant manifeste ses qualités graissantes par la production d'un glissement plus ou moins facile, traduit par le degré d'entraînement du frotteur.

Or, si dans tous ces appareils la présence d'un lubrifiant diminue, en effet, la friction, *la manière dont s'exerce l'action de la matière graissante n'est pas définie*. En d'autres termes, *les formes du frottement* qui interviennent dans le fonctionnement des frictomètres sont *indéterminées*. Nous savons que si la friction est de la forme fluide, c'est la viscosité qui va intervenir; si le frottement est gras, ce sera au contraire l'onctuosité du lubrifiant qui sera principalement intéressée. Mais quelle est la part de chacun de ces deux facteurs? Le plus souvent il se forme entre les pièces frottantes des frictomètres un ruban liquide entretenu par le mouvement de sorte que l'on se trouve en présence d'un régime de graissage hydrodynamique troublé d'une manière absolument indéterminée par l'intervention momentanée et irrégulière des surfaces (frottement onctueux). Ce que l'on effectue donc dans ces essais aux frictomètres, c'est une mesure approchée et grossière de la viscosité. Il faut avouer que tout viscosimètre correct fournirait des renseignements plus précis avec plus de commodité.

Ajoutons que les surfaces frottantes des frictomètres particulièrement bien entretenues, sont en général plus parfaites que celles rencontrées dans la pratique; d'où autre cause d'erreur.

Enfin rappelons qu'en employant des lubrifiants convenablement choisis, on a pu faire donner à certains frictomètres des indications qui étaient en contradiction évidente avec les résultats que ces lubrifiants auraient donnés dans la pratique. La sincérité des essais n'est donc point assurée.

En résumé, les deux qualités essentielles d'un lubrifiant au point de vue de la friction étant la viscosité et l'onctuosité, il est inutile de recourir à un frictomètre pour mesurer la première, facile à obtenir au laboratoire par tout viscosimètre, et il est inutile de penser évaluer l'onctuosité, car les frictomètres courants sont incapables de l'apprécier.

Pour effectuer des mesures correctes de l'onctuosité, il est indispensable d'employer des procédés de mesure dans lesquels *la viscosité ne joue aucun rôle*. Or de tels procédés, statiques ou dynamiques, sont des méthodes scientifiques délicates, réalisables en laboratoire, et non encore introduites dans le domaine industriel courant (voir travaux de Lord Rayleigh, Hardy et Doubleday, Deeley, Wilson et Barnard, Stanton, Paul Woog, etc.).

On voit donc combien est vide de sens la notion de coefficient de friction appliquée à un lubrifiant sans définir s'il s'agit de frottement fluide ou onctueux définition qu'il est d'ailleurs impossible d'exprimer, et combien est fictive une valeur numérique donnée à ce coefficient.

Les seuls essais pratiques de friction ayant quelque valeur sont, ou bien des essais *comparatifs* exécutés avec toutes les précautions voulues sur la machine même à laquelle le lubrifiant est destiné, ou bien des essais de lubrifiants effectués sur un appareil reproduisant avec une fidélité absolue l'organe de la machine où le lubrifiant doit être employé. Il est évident que, dans ce cas, le classement de divers lubrifiants réalisé par une telle machine *n'aura de valeur que pour le cas envisagé et la machine reproduite* par l'appareil d'essai: le classement des mêmes lubrifiants

pourra être totalement différent pour une autre application. Comme exemple d'un appareil d'essai de ce genre, limité à une application particulière et bien définie, nous citerons la machine de M.M. Guillery et Haguenaer qui, reproduisant avec fidélité le fonctionnement d'un essieu de chemin de fer, permet d'étudier dans d'excellentes conditions le graissage des essieux de voitures et de wagons.

Nous avons donc l'honneur de proposer l'abandon radical de la mesure *du coefficient de friction des lubrifiants*, mesure vague arbitraire et sans aucune valeur, tout essai de frottement devant être soigneusement précisé quant au rôle joué par la viscosité et l'onctuosité, ou devant étroitement reproduire les conditions de marche d'une machine déterminée, les renseignements obtenus dans ce cas n'ayant alors de valeur que pour la seule machine en question.

En dehors du rôle qu'ils jouent dans l'atténuation des frottements des machines, les lubrifiants sont encore employés pour régulariser la friction dans les appareils destinés à mesurer la résistance des métaux à l'usure.

Or là encore, les conditions du graissage ne sont pas clairement définies. On peut admettre que le graissage parfait intervient, mais, en raison des pressions réalisées et de l'usure des portées que l'on observe, on peut être assuré que la friction grasse joue également un grand rôle. La viscosité et l'onctuosité des lubrifiants sont donc des facteurs importants, et leurs variations sont capables d'entraîner des irrégularités dans le degré de l'usure constaté au cours des essais.

Aussi nous semble-t-il tout à fait désirable que les lubrifiants employés dans de tels essais aient des caractéristiques précises. Cette régularité ne peut guère être obtenue au moyen d'huiles minérales; les huiles grasses ont une composition plus constante, mais leur altérabilité ne donne aucune sécurité, d'autant plus que l'hydrolyse des glycérides libère des acides gras, corps dont l'influence sur l'onctuosité est considérable.

Nous pensons donc qu'il conviendrait d'étudier des lubrifiants synthétiques qui pourraient être préparés au moyen de corps chimiques stables et purs. Dans ces conditions, on réaliserait des matières de graissage de composition entièrement connue et constante, pouvant être reproduites toujours identiques à elles-mêmes.

De nombreux mélanges sont ainsi réalisables à partir de produits possédant une viscosité convenable et éventuellement additionnés de petites quantités de molécules actives capables de former un épilamen onctueux bien défini, selon les théories modernes de la lubrification.

La mise au point de semblables combinaisons nous semble pouvoir être faite aisément. A titre de simple exemple, nous avons préparé un lubrifiant (A) composé de :

A	Cyclohexanol pur	99 grammes
	Acide stéarique pur	1 „

l'acide gras étant dissout dans le liquide par un léger chauffage. Ce mélange a les caractéristiques suivantes :

Densité apparente à 15° par rapport à l'eau à + 4°	0,95318
Coefficient de dilatation par degré	0,000851
Coefficient de viscosité absolue à 34° 8	0,1743
Coefficient de viscosité absolue à 50° 8	0,0824

Bien que ce lubrifiant ait une faible viscosité, nous avons voulu l'éprouver sur des appareils d'essais.

M. Jannin, Ingénieur de la Société Anonyme des Usines Renault, à qui nous sommes heureux d'adresser nos plus vifs remerciements, a bien voulu procéder à quelques essais sur la remarquable machine qu'il a imaginée (Revue de Métallurgie t. XIX—1922 — Page 109).

Voici les résultats qu'il a obtenus avec galets en régule et éprouvettes en chrome-nickel traité à 100 Kgs.

Lubrifiants	Pressions	Largeur des empreintes	Observations.
Huile minérale	20 Kgs.	0,6	durée 2 heures.
Huile de ricin	20 Kgs.	0,8	durée 2 heures.
A	20 Kgs.	0,8	grippe au bout de 10 minutes.
Huile minérale	10 Kgs.	L'empreinte de A est légèrement inférieure à celle obtenue avec l'huile minérale	durée 2 heures.
A	10 Kgs.		durée 2 heures.

D'autre part, des essais actuellement en cours, entrepris sur notre demande par M. Godfroy, l'éminent Directeur des Laboratoires des Etablissements André Citroën, et son Adjoint, M. Cressonnier, ont montré jusqu'ici que le cyclohexanol pouvait être substitué à l'huile pour la lubrification de la machine „Amsler”.

En conséquence,

Nous souhaitons vivement qu'un lubrifiant synthétique convenable soit étudié et devienne le lubrifiant normal type, d'un emploi régulier dans tous les essais de résistance des métaux à l'usure.

DISCUSSION

Prof. D. DRESDEN

Il y a dans un palier et dans le frictomètre de grandes variations en pression et en température de couche en couche et de lieu en lieu. Or la viscosité dépend de ces deux variables, de sorte que la détermination de la viscosité dans un viscosimètre ne saurait pas remplacer l'essai dans un frictomètre ou dans un palier.

M. CELLERIER

est d'accord avec Prof. D. Le problème est difficile. L'examen d'une huile au moyen d'un frictomètre ne donne pas des résultats qui sont comparables à ce qui résulte en pratique dans le palier de la machine en question. M. Woog a constaté les difficultés, il ne donne pas une solution.

Prof. DRESDEN

répond qu'il ne prend issue qu'à la remarque que le viscosimètre pourrait donner un résultat remplaçant l'expérience dans un frictomètre.

Mr. E. NORLIN

states that the remarks of M. Woog are to some extent right, e.g. in the field of liquid lubrication where undoubtedly the viscosity governs the lubrication process. But when by low viscosity and high pressure we have to deal with half fluid friction, then a property usually called „oiliness” is to be considered. This oiliness or the property of an oil to adhere to the surface of a metal may be estimated by the surface tension of oil to metal surface. According to Mr. N.'s experience there is as yet no method developed for this purpose, which can be used in practical testing of oils. The surface tension of oils to water and water-solutions is easily determined and gives a good idea of the emulsification tendency of an oil.

Dr. STÄGER

bemerkt dass bei halbflüssiger Reibung die Benetzung sehr wichtig ist. Bei flüssiger Reibung kommt die Viscosität hauptsächlich in Betracht. Viscosität und Benetzung zeigen keinen Zusammenhang. Randwinkelmessungen sind erforderlich um die Benetzung beurteilen zu können.

NEUE METHODEN ZUR BEURTEILUNG UND BEWERTUNG VON ÖLEN

Bericht über die im kön. ung. Telegraphentechnischen Versuchsamte zu Budapest von Techn. Rat Ing. B. MARSCHALKÓ, Abt. Vorstand, und I. BARNA durchgeführte Arbeit

Es ist allgemein bekannt, dass zur Beurteilung, Bewertung und Identifizierung von Ölen die in der Praxis derzeit gebräuchlichen Prüfverfahren nicht ausreichen. In der letzten Zeit werden deshalb vielerseits Versuche gemacht um gewisse chemische und physikalische Eigenschaften der Öle wenigstens zu ihrer Identifizierung mit einbeziehen zu können. Zwei der wichtigsten dieser Eigenschaften sind die Temperatur- und Druckabhängigkeit der Viskosität und die Widerstandsfähigkeit der Öle gegen chemische Einflüsse.

Wir finden auch schon in Lehrbüchern den Satz: „ein gutes Schmieröl muss eine flache Temperaturabhängigkeitskurve und eine steile Druckabhängigkeitskurve der Viskosität haben“: die Praxis hat aber noch immer nicht einmal eine richtige, und allgemein vereinbarte Ausdrucksweise dafür und deswegen auch keinen Anhaltspunkt zur Bestimmung derselben und keine Möglichkeit zu einem Vergleiche der verschiedenen Qualitäten.

Nun gilt im allgemeinen als einfachste Ausdrucksweise derartiger Funktionen die mathematische Form. Zwischen Temperatur und Zähigkeit ist aber der physikalische Zusammenhang bis heute noch nicht festgelegt.

Man ist deshalb daran gebunden, aus Versuchsergebnissen eine Beziehung zwischen Temperatur und Zähigkeitszahl abzuleiten. Solche Beziehungen sind verschiedentlich aufgestellt worden¹⁻²⁻³⁻⁴⁻⁵) Nur ist deren Genauigkeit gewöhnlich wegen mangelnder Versuchangaben nur auf ein ganz schmales Temperaturgebiet überprüft. Es ist deshalb auch noch nicht entschieden, welche nun dieser Formeln allen technischen Anforderungen entsprechend genau ist und in ihrer Berechnungsweise dennoch derartig vereinfacht werden kann, dass sie sich auch für technische Schnellprüfungen eignet.

Um dieser Frage näher heranzutreten habe ich die Ergebnisse der mir bekann-

¹) Gümbel, Forschungearbeiten des V. D. I. 224.

²) Oelschläger, Zeitschrift d. V. D., I, 62, 422, 1918.

³) Schwedhelm, Chem. Zeitung, 5, 41, ff. 1921.

⁴) H. Vogel, Phys. Ztschrft. S. 645—646, 1921; id. Ztschrft. f. angew. Chem. 1922.

⁵) S. Kieszkalt: Forschungearbeiten des V. D., I, 291.

ten und in Betracht kommenden Formeln mit den experimentiell aufgenommenen Temperaturabhängigkeitskurven einer grossen Anzahl von Ölen verglichen.

Die Grundbedingung um dies durchführen zu können war ein einfacher, genau und dennoch äusserst schnell arbeitender Viskosimeter, der es ermöglicht von Grad zu Grad bis zu Temperaturen von 300° C. die Viskosität ohne Wechsel der zu bestimmenden Flüssigkeit, oder gewisser Bestandteile des Apparates zu bestimmen.

Zwischen den mir bekannten und in der Praxis gebräuchlichen Viskosimetern wäre, als allen diesen Ansprüchen entsprechend, nur der von Dallwitz-Wegener konstruirte und in jüngster Zeit in Handel gebrachte Schnellviskosimeter in Betracht gekommen, jedoch hielt ich denselben — der Beschreibung nach — für diese — mit erhöhter Genauigkeit durchzuführenden — Untersuchungen zu unpünktlich.

Nach mehreren diesbezüglichen erfolglosen Versuchen habe ich endlich mit einem selbst gebauten Apparate die Messungen gemacht. Der Apparat hat sich meinen oben erwähnten Ansprüchen, aber auch für praktische Schnellbestimmungen ganz vorzüglich bewährt.

Die Konstruktion selbst zeigt Figur. 1.

Dem Wesen nach ist er eine Anwendung des Couette¹⁾-schen Principes, in einer Anordnung die es erlaubt durch Beibehaltung sämtlicher Vorteile des Couette-schen Viskosimeters, dessen Nachteile — die ihn für die Praxis unbrauchbar machten — zu beseitigen.

Er besteht aus zwei coaxial ineinander geschobenen, im Durchmesser nur mit einigen Millimetern verschiedenen Metallzylindern, deren Zwischenraum mit dem zu prüfenden Öl gefüllt wird.

Der äussere Zylinder wird mit einer constanten Geschwindigkeit gedreht — gerade so wie beim Couetteschen Apparat. Nur hält der — durch die Viskosität der Flüssigkeit bedingte Drehmoment des inneren Zylinders, nicht, wie beim Couetteschen Apparat, mit der Torsionsgegenkraft des Drahtes — auf dem er hängt — das Gleichgewicht, sondern wird die Kraft durch entsprechende Einrichtung auf einen pendelartig angeordneten Arm übertragen. Durch entsprechende Beschwerung des Pendelarmes ist die Möglichkeit vorhanden, bei den weitgehendsten Aenderungen der Viskosität, immer mit der gewünschten Genauigkeit zu arbeiten, ohne den Versuch geringst zu unterbrechen. Ein elektrischer Heizkörper ermöglicht die genaue Einstellung der gewünschten Temperatur.

Mit dieser Anordnung gelingt es an einem Öle binnen 10 Stunden etwa 150 Viskositätsbestimmungen mit gewünschter Genauigkeit, bei verschiedenen Temperaturen durchzuführen.

Als Durchschnittsergebniss eines grossen Versuchsmaterials fand ich dass — wenn wir Genauigkeit in einem recht weiten Temperaturgebiete anstreben — nur die von Vogel und Schwedhelm aus empfohlenen Formel in Frage kommen kann.

Das weiteste Temperatur-genauigkeitsgebiet hat die Vogelsche Formel. Bei niederen Temperaturen gibt die Formel nach Schwedhelm zu niedrige, — die nach

¹⁾ Ann. de chim. et d. phys. 5, 21, 433, (1890).

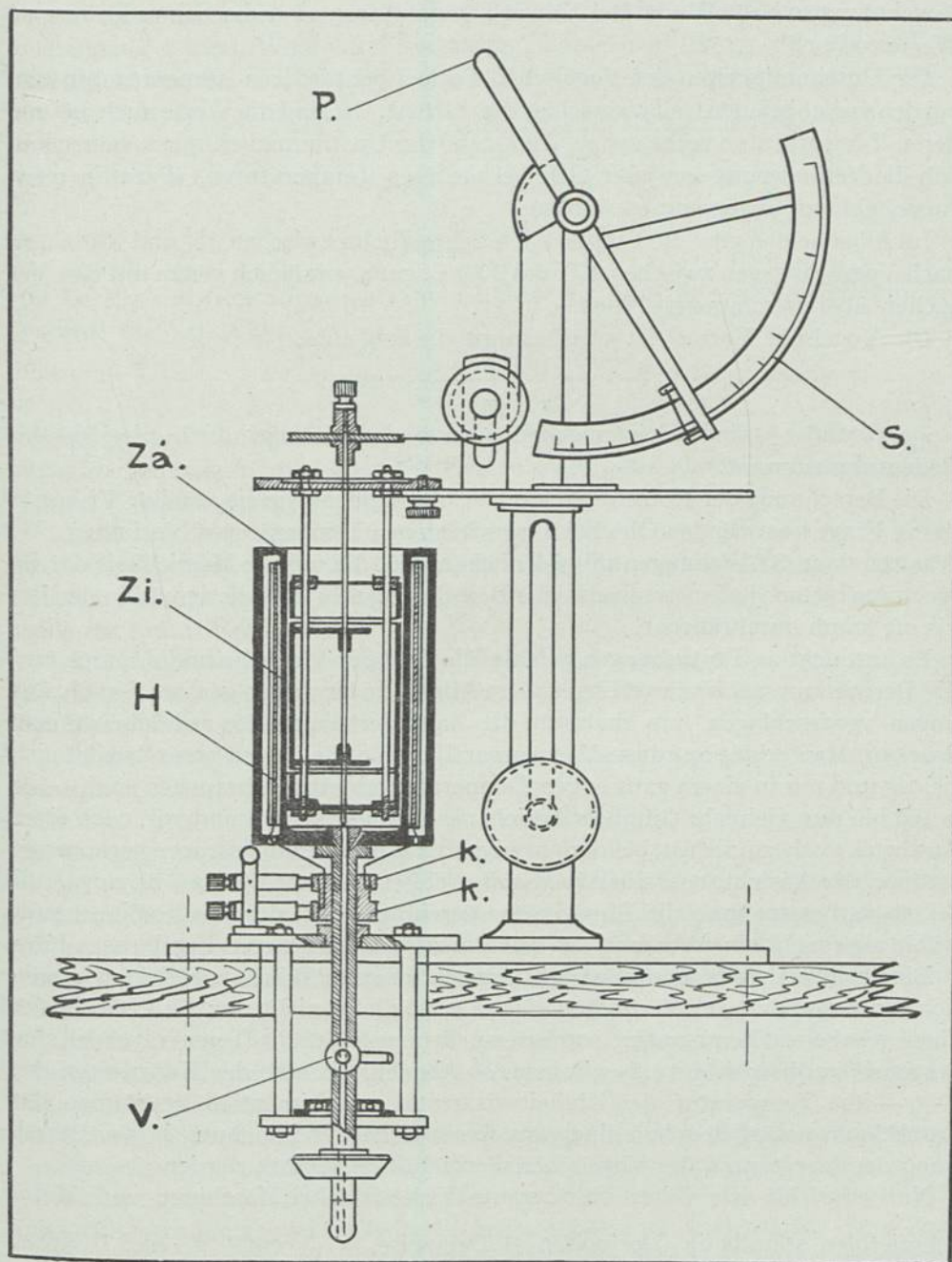


FIG. 1

Vogel etwas zu hohe Werte. Bei hohen Temperaturen sind die Schwedhelmschen Werte zu hoch.

Die Unstimmigkeiten der Vogelschen Formel bei niederen Temperaturen sind bei den verschiedenen Ölen verschiedener Grösse. Oft sind die Werte auch bei niederen Temperaturen recht genau. Als Grund der Unstimmigkeit muss wahrscheinlich die Veränderung gewisser Öle bei niederen Temperaturen, (Paraffin u.s.w. Ausscheidung) angenommen werden.

Im Allgemeinen gibt die Formel nach Schwedhelm zwischen 15° und 150° C., die nach Vogel hingegen zwischen 30° und 300° C. ganz vorzüglich genau mit den Versuchen übereinstimmende Werte.

Die Vogelsche Formel ist wie bekannt die folgende:

$$\eta = \eta_{\infty}^{\frac{t-t_1}{t-t_{\infty}}}$$

η_{∞} , t_1 und t_{∞} sind Gleichungskonstanten, denen Vogel auch physikalische Bedeutung zumutet.

Die Berechnung der Konstanten kann erfolgen indem wir die absolute Viskosität des in Frage kommenden Öles bei 3 verschiedenen Temperaturen bestimmen. Wir erhalten dann 3 Gleichungen mit 3 Unbekannten, die uns die Möglichkeit der Berechnung bieten. Jedoch ist eine solche Berechnung sehr langwierig und in der Praxis oft kaum durchführbar.

Es hat nicht an Bestrebungen gefehlt, die Zahl der Versuche und dadurch auch die Berechnungsarbeit zu verringern. Im Allgemeinen werden gewisse Einschränkungen vorgeschlagen, um dadurch die Zahl der Festwerte auf 2 herunterzudrücken. Man erhält auf diese Weise zwar Formeln die jedoch ohne Zweifel nicht richtig und nur in einem ganz engen Temperaturgebiet zu gebrauchen sind.

Ich bin nun vielmehr Gumbels Ansicht: es liegt gar kein Grund vor, nach einem Ausdruck von η zu suchen, bei dem weniger als 3 Bestimmungsstücke vorkommen. Ist man der Ansicht, dass die Arbeit mit drei Bestimmungsstücken zu umständlich sei, so verbessere man die Messgeräte, vereinfache irgendwie die Berechnung, wähle aber nicht einen Ausweg der bewusst zu unzuverlässigen Ergebnissen führt.

Eine solche Vereinfachung ist nun tatsächlich durchführbar. Haben wir nämlich einen Apparat zur Verfügung, der es ermöglicht, nicht nur die Viskosität zu einer gegebenen Temperatur, sondern auch umgekehrt die Temperatur zu einer bestimmten Viskosität zu bestimmen, so können wir eine der Konstanten dass — t_1 — die Temperatur der Einheitsviskosität, experimentiell bestimmen. Dadurch kann natürlich schon eine ganz wesentliche Vereinfachung in der Berechnung der Konstanten der Vogelschen Formel durchgeführt werden.

Nun empfehle ich weiter die absolute Viskosität bei Maschinen und Motorschmierölen ständig in Decipoisen (1 Decipoise = $\frac{1}{10}$ cm⁻¹ g. sec.⁻¹) auszudrücken. Wir können dann nämlich die zur Berechnung der Konstanten dienenden drei Bestimmungsstücke wie folgend wählen:

$$\begin{aligned} \eta' &= 10 \\ \eta'' &= 1 \quad \text{Decipoise} \\ \eta''' &= 0.25 \end{aligned}$$

Die dazu gehörigen Temperaturen t' , t'' , t''' werden experimentiell bestimmt.

Bei einer solchen Wahl der Viskositäten, haben wir für t_∞ den äusserst einfachen Ausdruck:

$$t_\infty = \frac{(\log \eta'''). (t'.t''' - t_1. t'') - t'.t''' + t'.t_1}{t_1 - t''' + (\log \eta'''). (t' - t_1)}$$

für η_∞ hingehen

$$\log \eta_\infty = \frac{t' - t_\infty}{t' - t_1}$$

im Besitze der Gleichungskonstanten haben wir nun für jede gewünschte Temperatur die Viskosität

$$\log \eta_t = \frac{(\log \eta_\infty). (t - t_1)}{t - t_\infty}$$

in Decipoisen. Wir brauchen also nur die Temperaturen zu drei bestimmten Viskositäten zu messen und haben auf Kosten einer ganz einfachen Berechnung die ganze Viskositätskurve zu eignen.

Zur Beurteilung des Verlaufes der Temperaturkurve empfiehlt Vogel als Kennzahl der Wert $t_1 - t_\infty$. Die Exaktheit dieser Kennzahl wird zwar — gewissermassen auch mit Recht — bestritten ¹⁾: ist aber für praktische Beurteilungen doch sehr gut brauchbar.

Falls es sich aber nur zwecks Identifizierung der Qualität des Öles, um Bestimmung einer solchen Kennzahl handelt, so ist eine Berechnung der Gleichungskonstanten überhaupt nicht notwendig.

Die aus den oben erwähnten, experimentiell bestimmten drei Viskositäts-Temperaturen gebildeten Differenzen

$$t''' - t'', \text{ und } t'' - t'$$

geben exactere und technisch gerade so gut brauchbare Kennzahlen wie die von Vogel empfohlenen. Haben dabei noch den Vorteil, eben nur dass technisch in Betracht kommende Temperaturgebiet entsprechend zum Ausdruck zu bringen. Zwischen zwei Schmierölen, die die gleiche absolute Viskosität bei der Arbeitstemperatur haben, ist nun, wie bekannt, das Wertvollere, welches eine grössere Kennzahl hat.

Tabelle 1 zeigt beispielweise eine Zusammenstellung solcher Kennzahlen im Vergleiche auch mit den Vogelschen Werten bei einigen bekannten Weltmarken der Automotorschmierölen.

Wie schon erwähnt, ist die Grundbedingung einer derartigen Vereinfachung ein entsprechender Viskosimeter. Der Ihnen schon bekanntgemachte Apparat eignet sich dazu ganz aussergewöhnlich. Den vor kürzester Zeit in Handel gebrachten Schnellviskosimeter von Dallwitz-Wegener schätze ich auch als für diese Zwecke recht gut brauchbar. Kapillarviskosimeter jeder Art sind natürlich prinzipiell unbrauchbar.

Nun ist es von grosser Wichtigkeit in sämtlichen Gebieten der Technik die es mit

¹⁾ König, Zur Temperaturabhängigkeit der Viskosität. Zeitschr. f. ang. Chem. 1924.5.9.

Schmierung zu tun haben, besonders aber für Verbraucher von Schmierölen, dass die Bestimmung und Ausdruckweise der Viskositäts-verhältnisse endlich einmal einwandfrei und einheitlich vereinbart werde. Dazu wollte ich mit dem Vorgetragenen ein wenig beitragen.

TABELLE 1

Nr.	Benennung des Öles	Temperaturen entsprechend der Viskosität von			Qualitätskennzahlen			Qualitätskennzahl nach Vogel t_1-t_∞
		10 Decipoise	1 Decipoise	0.25 Decipoise	$\frac{t\eta_{1-}}{t\eta_{10}}$	$\frac{t\eta_{0.25-}}{t\eta_{1-}}$	$\frac{t\eta_{0.25-}}{t\eta_{10}}$	
1	Dampfzylinderöl	65.40	135.50	225.14	70.1	89.64	159.74	423.54
2	Ricinusöl	54.3	120.5	213.56	66.2	93.06	159.26	422.04
3	Motoren schmieröl I	41.50	102.3	176.30	60.8	74.0	134.80	356.84
4	„ II	50	108.6	181.02	58.6	72.42	131.02	346.45
5	„ III	52	108.6	180.44	56.6	71.84	128.44	339.52
6	„ IV	44.1	102.7	171.40	58.6	68.70	127.30	337.86
7	„ V	50.1	105.00	174.23	54.9	69.23	124.13	325.87
8	„ VI	34.7	37.8	153.65	53.1	65.85	118.95	313.52
9	„ VII	47.2	99.3	165.72	52.1	66.42	118.52	312.41
10	„ VIII	47.40	99.70	164.84	52.3	65.14	117.44	310.33
11	„ IX	47.2	96.5	—	48.8	—	—	296.56

Eine zweite recht wichtige Eigenschaft der Öle ist deren Widerstandsfähigkeit gegen Einwirkungen der Luft, speziell dem Sauerstoffe gegenüber.

Diesem Umstande wird bei Transformatorölen schon längere Zeit entsprechende Aufmerksamkeit gewidmet, bei Motorschmierölen hingegen wird deren grosse Wichtigkeit erst in letzter Zeit immer mehr und mehr anerkannt und untersucht.

Zur Beurteilung dieser Eigenschaften haben wir zwar die verschiedensten Methoden, Verteerungszahl, Verkockungszahl, Verkohlungsanzahl, Teerzahl, Versauerung, Schlamm bildung usw., die jedoch grundsätzlich so zu sagen alle gleich sind.

Wir haben es immer mit Oxydationsreaktionen zu tun, die aber nie bis zum Ende geführt, sondern im Gegenteil immer unter ganz bestimmten Verhältnissen geleitet, nach einer willkürlich gewählten Zeit beendet werden und nachher die Menge eines oder mehrerer der gebildeten flüssigen und festen Oxydationsprodukte bestimmt wird.

Als Endresultat solcher mühsamer und langwieriger Bestimmungen erhalten wir endlich Werte, über deren Bedeutung wir weder in theoretischer, noch in praktischer Hinsicht recht im Klaren sind.

Sie wären als Reaktionsgeschwindigkeitswerte, — bezogen auf einzelne Produkte der Oxydation, — zu betrachten, ist jedoch ihr Wesen durch ausser Acht gelassene Nebeneinflüsse der Reaktion oft gänzlich verdeckt.

Über ihre Bedeutung für die Praxis zur Bewertung und Identifizierung von Ölen, wird seit langer Zeit recht viel diskutiert. Es handelt sich gewöhnlich darum, zu entscheiden, welchem der Werte die grösste praktische Bedeutung zukommt.

Durch die Arbeiten von Heyden u. Typke ¹⁾, Frank ²⁾, Marcusson ³⁾, Stäger ⁴⁾, Schreiber ⁵⁾, Hoblyn ⁶⁾, Stratton ⁷⁾ u.s.w. ist es als entschieden zu betrachten, dass weniger intensiv raffinierte Öle — also die mit niedriger Verteerungszahl — bei einer Oxydation in der Wärme nur langsam versäuern, dagegen nach mehr oder minder langer Zeit anfangen Schlamm auszuscheiden. Die intensiv raffinierten Öle hingegen, — die den englischen Bedingungen der Klasse A entsprechend — neigen viel weniger zur Schlamm- und Wasserbildung, dagegen sehr stark zur Versäuerung und Wasserbildung.

Nun sind aber bei den meisten Verwendungszwecken beide, sowohl Schlamm- und Wasserbildung, wie auch starke Versäuerung und damit verbundene Wasserbildung, höchst unerwünschte Erscheinungen.

Es kann also endgültige Entscheidung darüber, welchem der gebildeten Produkte grössere praktische Bedeutung zukommt, eigentlich nie zustande kommen. Das hängt doch immer von den Gebrauchsverhältnissen ab und ist oft auch Calculationssache.

Weitaus zweckmässiger ist es, meiner Ansicht nach, zwecks praktischer Bewertung der Widerstandsfähigkeit von Ölen gegen Einwirkungen von Luft und Wärme — die Gesamtmenge der gebildeten Oxydationsprodukte, das heisst, die Reaktionsgeschwindigkeit des Oxydationsvorganges selbst und deren Änderung als Funktion der umgewandelten Menge zu untersuchen. Erst in zweiter Linie, falls dies überhaupt noch als notwendig erscheint, werden die Mengengleichgewichtsverhältnisse der einzelnen gebildeten Oxydationsprodukte untersucht.

Nun sind derartige Bestimmungen auf gewichtsanalytischem Wege höchstens bei wissenschaftlichen Arbeiten durchzuführen — wie dies meines Wissens zum ersten Male Hoblyn, in seiner sehr beachtungswerten Arbeit tut, sie geben jedoch auch dann nicht die, — für die Praxis wichtigsten — Werte.

Ich habe es daher versucht auf gazometrischem Wege eine — auch speziell für praktische Bestimmungen geeignete — Methode auszuarbeiten. Dies ist mir in praktisch befriedigender Weise gelungen.

Ein folgenderweise zusammengestellter Apparat hat sich am besten bewährt: (Figur 2).

Ein langhalsiger Erlenmeyerkolben „K“ wird bis zur Hälfte seiner Länge mit einem elektrischen Heizkörper umgeben. Die Mündung ist mit einem Gummipropfen gasdicht verschlossen, durch dessen Bohrung zwei ineinander geschobene Glasröhren „K“ in den Kolben tauchen.

¹⁾ Erdöl und Teer, 1925, S. 12, 1927, S. 107, Chem. Ztg. 1927, S. 629.

²⁾ Petrol, 296 S. 558, Nr. 15.

³⁾ Chem. Ztg. 1926, S. 263.

⁴⁾ Zschr. f. ang. Chem. 38, S. 476; Petrol. 1924, S. 800, No. 77.

⁵⁾ Zschr. f. ang. Chem. 1912, S. 99.

⁶⁾ J. Inst. Pet. Techn. 1925, Vol. 11, no. 48.

⁷⁾ Circ. Bur. of Stand. no. 99, 1920.

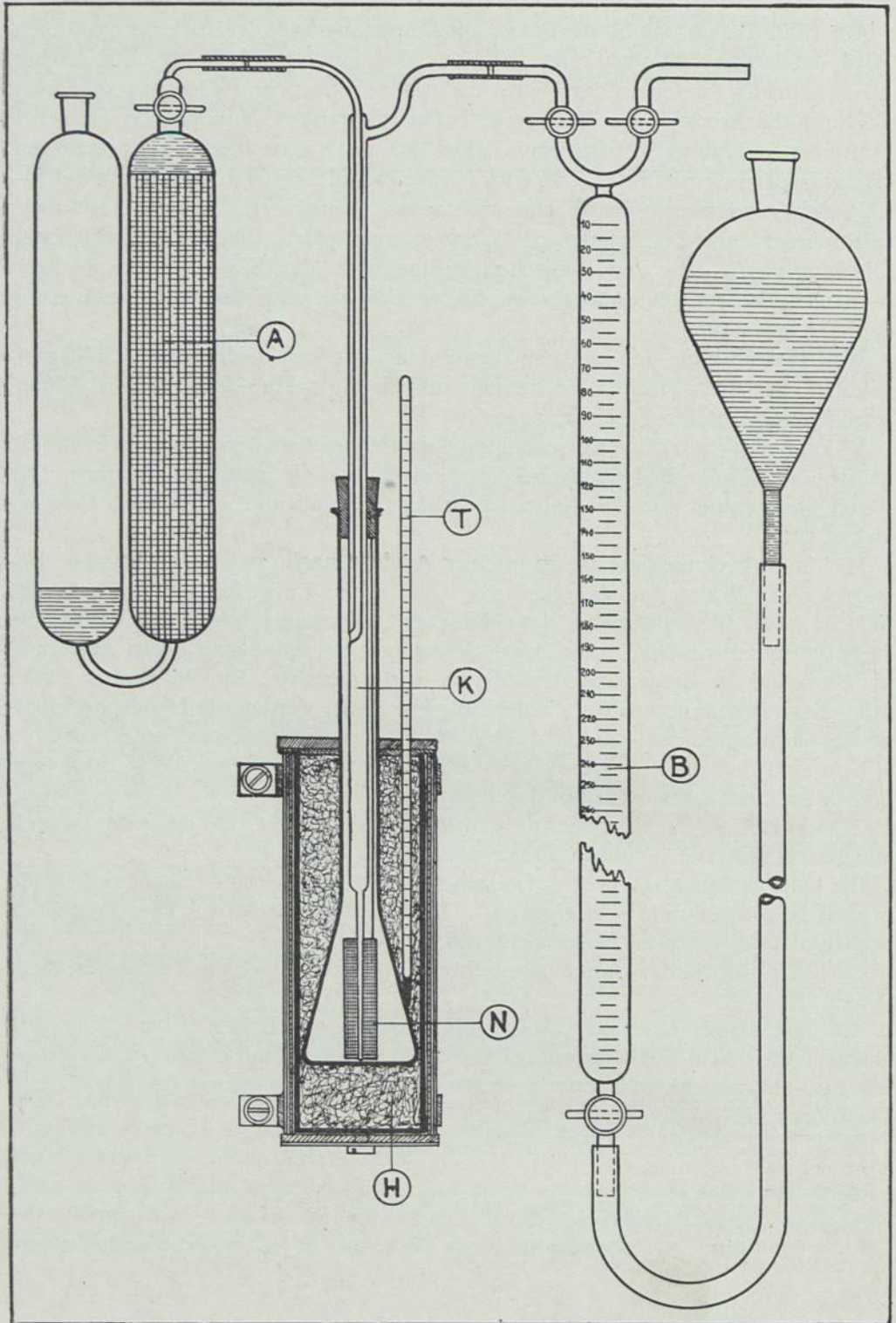


FIG. 2

Eine der Röhren ist mit der Gasbürette „B“ verbunden und taucht bis am Boden des Kolbens, die Andere endet gleich unter dem Pfropfen und ist mit einem Absorptionsgefäß „A“ für Kohlensäure verbunden. Die Verbindungen in jeder Richtung werden durch Glashähne reguliert.

Im Inneren des Kolbens — die lange Glasröhre umfassend — ist ein aus Platindrahtnetz angefertigtes Körbchen „N“ befestigt, welches mit einer Mischung von fester Kalilauge und Calciumoxyd Stückchen gefüllt wird.

Das Öl wird in den Kolben eingewogen und auf dem Boden desselben gleichmässig verteilt. Danach wird der Apparat mit Sauerstoff gefüllt.

Wenn wir nun als Oxydationsgeschwindigkeit das Volumen des zur Oxydation der Mengeneinheit des Öles in der Zeiteinheit notwendigen Sauerstoffes in Cubikcentimetern bezeichnen, so brauchen wir nur einwandfreie Versuchsbedingungen zu schaffen, um durch in gewissen Zeiträumen zu erfolgende Ablesung des Sauerstoffvolumens die jeweilige Reaktionsgeschwindigkeit der Oxydation berechnen zu können.

Entsprechende Versuchsbedingungen werden geschaffen indem:

1. Die Temperatur mittels Stromverbrauchsregler im Heizkörper „H“ ständig auf demselben Wert gehalten wird.

2. Die Unveränderlichkeit der Konzentration des Oxydationsmittels durch Verwendung chemisch reinen Sauerstoffes gesichert wird.

3. Die gebildeten gasförmigen Oxydationsprodukte — Kohlensäure und Wasserdampf — mittels des, im Platinkörbchen befindlichen, Laugengemisches gänzlich entfernt werden. Zu diesbezüglicher Kontrolle dient das Absorptionsgefäß „A“.

4. Um unangenehme Hinderungen des Oxydationsprozesses zu vermeiden, muss die Dicke der Ölschicht unter 0.01 cm gehalten werden.

Ist nämlich die Schichtdicke des zu oxydierenden Öles grösser als obiger Wert — wie dies bei sämtlichen bekannten Verfahren der Fall ist —, erhalten wir nach gewisser Zeit nicht mehr Oxydations-, sondern Cirkulations- oder Diffusionsgeschwindigkeitwerte.

Ein derartiger Versuch dauert — je nach der Temperatur der Messung — 5-100 Stunden.

Die einzelnen ermittelten Geschwindigkeitswerte können — wie schon gesagt — als Funktion der oxydierten Menge (Fig. 3, 4 u. 5) oder auch einfacher, als Funktion der Reaktionszeit (Fig. 6) graphisch dargestellt werden. Wir erhalten Kurven oder Geraden je nachdem sich die Reaktionsgeschwindigkeit beim Fortschritt der Oxydation ändert oder nicht.

Ich habe nun mit meinem Mitarbeiter Herrn Ing. I. Barna recht viele Öle diesbezüglich untersucht ¹⁾. Einige solcher Ergebnisse stellen Figur 3 und 4 vor.

Was nun die praktische Bedeutung derartiger Versuche anbelangt, konnten wir folgendes feststellen:

1. Das Verfahren ist für praktische Untersuchungen geeignet, ist schneller und

¹⁾ Magyar Mérnök és Építész Egylet Közlönye, Budapest, 1927.

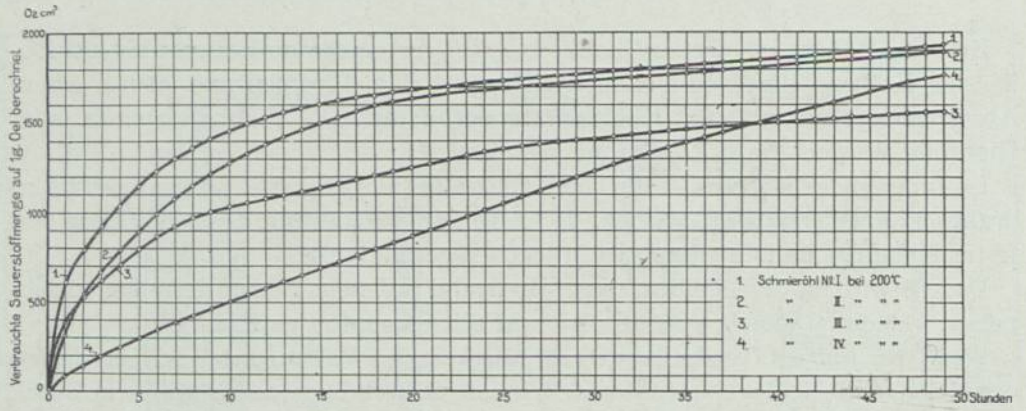


FIG. 3

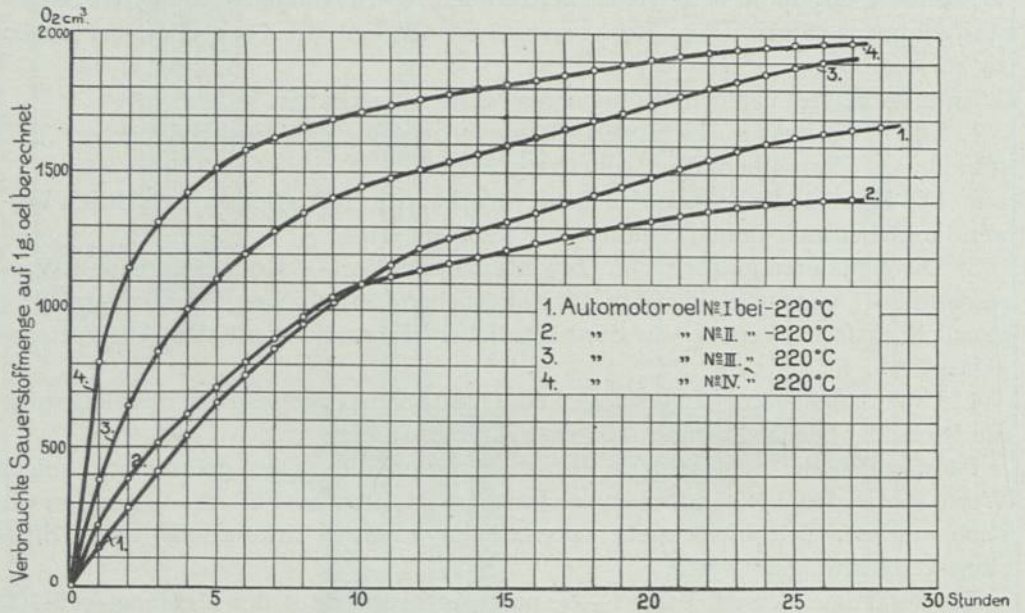


FIG. 4

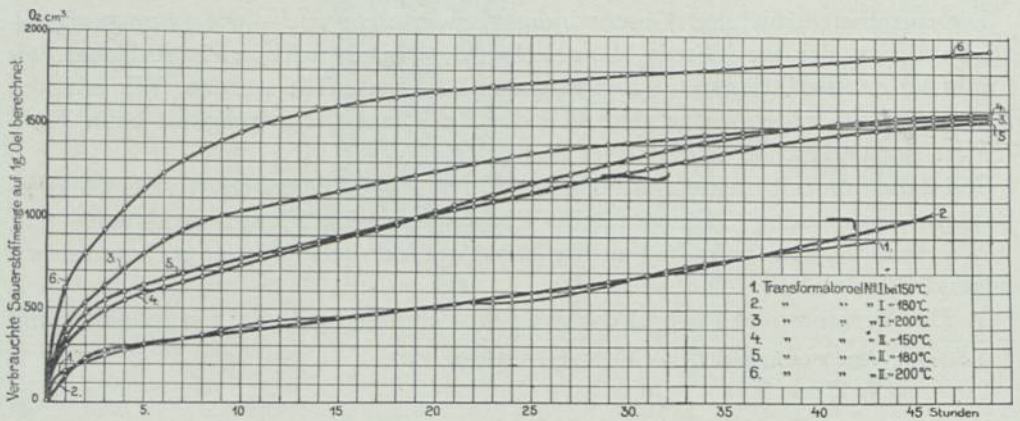


FIG. 5

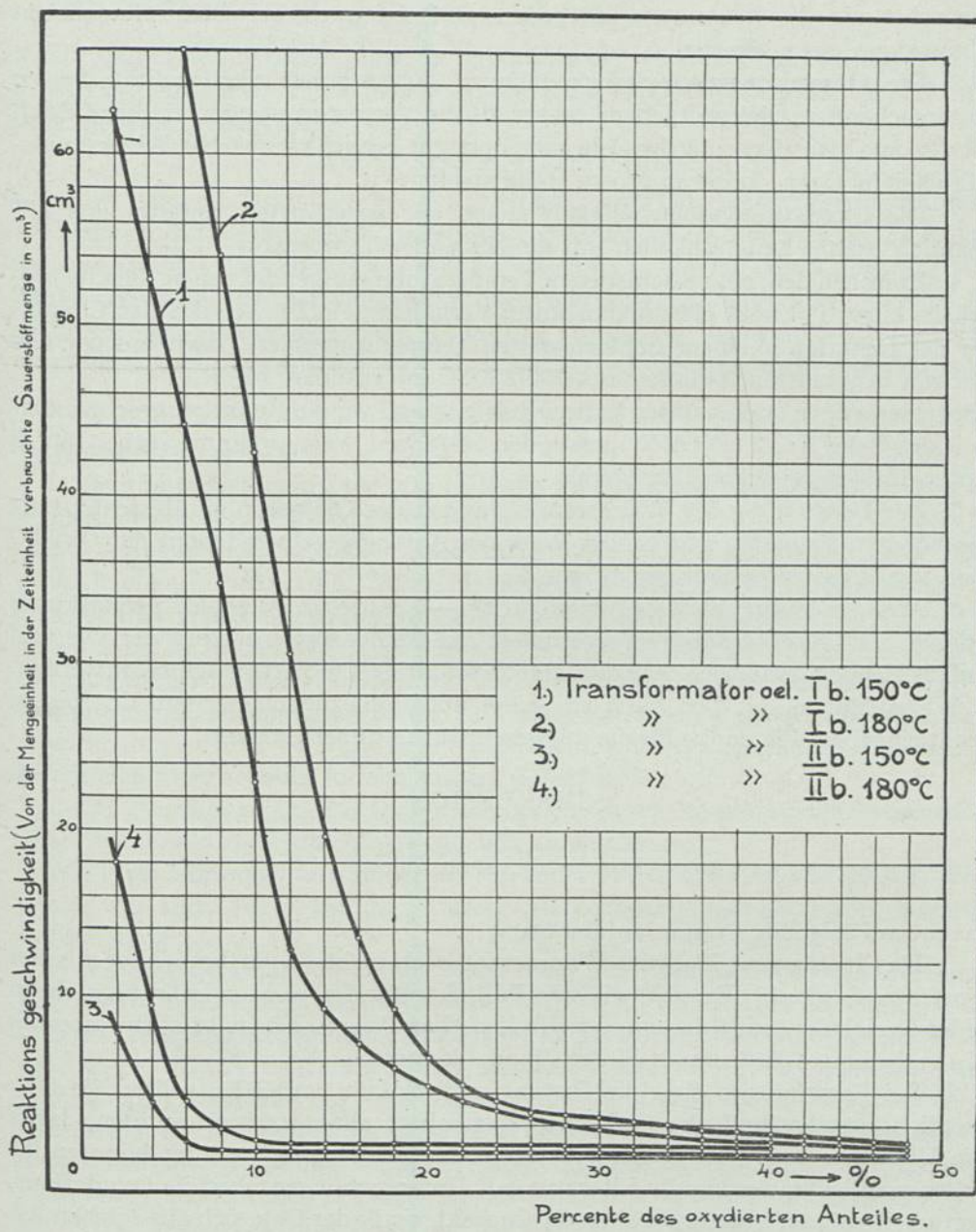


FIG. 6

einfacher als die bekannten Methoden, und ist auch bei Ölen pflanzlichen Ursprunges, zu verwerten.

2. Die Oxydationsgeschwindigkeitskurve charakterisiert die Qualität des zu untersuchenden Öles weitgehend besser als die Verteerungs- oder ähnliche Zahl, ist also zur Identifizierung der Oele auch dort gut brauchbar, wo die Widerstandsfähigkeit übrigens keine so grosse Rolle spielt.

3. Die Oxydationsgeschwindigkeit steigt, wie zu erwarten, anfangs erst allmählich, später ganz erheblich mit zunehmender Temperatur.

4. Zwischen den, bei verschiedenen Temperaturen aufgenommenen, Geschwindigkeitskurven besteht oft ein konstantes Verhältnis, ein Zeichen das der Charakter der Reaktion in einem ziemlich weiten Temperaturgebiete, nach meinen bisherigen Ergebnissen, zwischen cca 130-220° C unverändert bleibt.

Einen derartigen interessanten Fall stellt Fig. 5 vor, wo die Reaktionsgeschwindigkeit des Oeles No. 2 bei 180° C genau den 10-fachen Wert annimmt als bei 150° C unter übrigens gleichen Umständen.

5. Zur Beurteilung der Widerstandsfähigkeit der Öle gegen Einflüsse der Luft bei höheren Temperaturen ist der Wert der Anfangsgeschwindigkeit der Oxydation von grösster Bedeutung. (Figur 6).

6. Aus der Form der Geschwindigkeits — bezüglich Beschleunigungskurve können auch gewissermassen Folgerungen auf die Zusammensetzung der Öle und auf die Mengenverhältnisse der gebildeten Oxydationsprodukte geschlossen werden.

Wegen Mangel der Zeit kann ich leider auf diesbezügliche weitere Ergebnisse nicht eingehen. Ich danke für die mir geschenkte Aufmerksamkeit.

DISKUSSION

Prof. SCHLÄPFER, Zürich,

macht auf folgende Punkte aufmerksam:

1. Das Instrument Dallwitz-Wegener ist noch nicht so gut brauchbar wie der Vortragende glaubt. Es gibt, wie von Prof. S. gefunden worden ist, noch nicht in jeder Beziehung brauchbare und reproduzierbare Werte. Es bleibt abzuwarten ob ein verbessertes Instrument in den Handel kommt.

2. Bei Forschungen über die Oxydationsfestigkeit von Oelen sollten die Oele möglichst weitgehend chemisch und physikalisch charakterisiert werden, damit die Ursachen des vorhandenen Verhaltens der Oele verkannt werden konnten. Es sollte vermieden werden die Literatur mit Untersuchungen über die Oxydationsfestigkeit zu beschweren, da ohne die Charakteristik der Oele sich aus solchen Arbeiten keine vergleichende Schlüsse ziehen lassen. Es wird auf die Arbeiten von Stäger sowie P. Schläpfer und R. Schläpfer verwiesen bei denen die Oele charakterisiert wurden; es gelang so Beziehungen zwischen Oxydationsfestigkeit und Konstitution festzulegen.

Endlich wird auf den Einfluss der Metalle bei Oxydationsvorgänge hingewiesen.

Prof. KINDSCHER, Berlin,

macht darauf aufmerksam dass die Herkunft des verwendeten Sauerstoffs von grosser Bedeutung ist. Linde Sauerstoff und elektrolytische Sauerstoff geben sehr verschiedenen Resultate.

Dr. H. STÄGER, Baden (Schw.)

teilt mit dass die Vorgänge bei der Oxydation von den Versuchtstemperaturen abhängig sind. Bei 100° – 120° C. liefert die Oxydation höher molekularen Produkte mehr neutralen Charakters, *Oxydative Polymerisation*. Bei höherer Temp. (150° C), ist der Oxydationsverlauf vollständig anders und liefert saure Produkte, und solche mit niedrigem Molekulargewicht, *destruktive Oxydation*. Versuche bei 100 – 120° C. ausgeführt sind also mit bei 150° C. ausgeführte Versuche nicht vergleichbar.

Ing. B. MARSCHALKÓ

antwortet Prof. Schläpfer:

1. Den Schnellviskosimeter von Dallwitz-Wegener nur aus Druckschriften zu kennen, diesen aber selbst nicht verwendet zu haben.

2. Vortragender ist derselben Ansicht. Er beabsichtigte jedoch bei dieser Gelegenheit allein nur über die *Untersuchungsmethode* selbst zu berichten. Einige — ohne Charakteristik der Öle — vorgeführten Versuchsergebnisse, sind nur Typen, haben daher nicht den Zweck um daraus etwaige vergleichende Schlüsse zu ziehen, dienen vielmehr nur als Beispiel um die Verwendungsmöglichkeiten der Untersuchungsmethoden gewissermassen zu veranschaulichen und zu erläutern. Veröffentlichungen über systematische Untersuchungen mit obiger Arbeitsmethode behält sich Vortragender für eine andere Gelegenheit vor.

3. Die Beschleunigung der Oxydation der Öle durch Metalle ist sehr wesentlich, dieser Einfluss wurde jedoch hier gänzlich ausgeschlossen.

Wie Prof. Kindscher mitteilt ist die Herkunft des Sauerstoffes von grossem Einflusse, was auch Votr. bekannt, durch entsprechende Reinigung aber beseitigt werden kann.

Was die Bemerkung von Dr. H. Stäger über den Einfluss der Temp. anbelangt teilt Ing. B. Marschalkó mit, dass er überhaupt nicht die Absicht habe aus, — bei höheren Temperaturen durchgeführten — Versuchen Schlüsse auf das Verhalten der Öle bei niedrigeren Temperaturen zu ziehen. Dies wäre, ohne Beschränkung durchgeführt, zweifellos ein Fehler, da sich der Verlauf der Beschleunigungskurve bei niedrigeren Temperaturen tatsächlich ändert; wahrscheinlich im Zusammenhange mit einer Änderung in der Art des Oxydationsvorganges. Versuchsergebnisse zeigen jedoch, dass bei einer Anzahl von Ölen zwischen Temperaturen von 140 – 220° C $^{\circ}$ sich nur der absolute Wert der Oxydationsgeschwindigkeit ändert, der Verlauf der Beschleunigungskurve jedoch unverändert bleibt; in diesem Temperaturbereiche also eine Änderung der Art des Oxydationsvorganges nicht wahrscheinlich ist. Bei Vergleichung der Öle unter-einander gibt die vom Votr. gegebene Arbeitsweise sehr gut verwertbare Resultate. Zur Beurteilung ist der Wert der Anfangsgeschwindigkeit der Oxydation am wichtigsten, welcher auch bei Ölen mit derselben Verteerungszahl oft ganz abweichend sein kann.

DIE PRÜFUNG DER WIDERSTANDSFÄHIGKEIT DER MINERALÖLE, SPEZIELL DER TRANSFORMATORENÖLE, GEGEN DIE OXYDATION DURCH LUFT

von

EVERT NORLIN

Das Schwedische Materialprüfungsamt, Stockholm

Von den Kohlenwasserstoffen der Mineralöle, sind es nur die gelösten, gasförmigen und leichten, sowie die niedrig siedenden Stoffe, die in reiner Form abgetrennt und identifiziert werden können. Dagegen ist unsere Kenntnis des Baues und der Eigenschaften der hochmolekularen Verbindungen sehr klein. Man musste sich darauf beschränken die Anwesenheit gewisser Gruppen von Stoffen zu beweisen und sich damit begnügen empirische Arbeitsmethoden anzuwenden. Die wichtigsten Gruppen der Stoffe aus denen die Mineralöle aufgebaut sind, sind folgende:

1. *Kohlenwasserstoffe der Paraffinreihe*, C_nH_{2n+1} , teils niedrige flüssige mit bis 15 Kohlenstoffatomen im Molekül, teils höhere feste, die den Hauptteil der Kohlenwasserstoffe ausmachen, aus denen das Paraffin besteht.

2. *Naphthenkohlenwasserstoffe*, teils einfache gesättigte, alizyklische Kohlenwasserstoffe, C_nH_{2n} , wahrscheinlich überwiegend Penta- und Hexamethylenderivate, teils Polynaphthene C_nH_{2n-2} , C_nH_{2n-4} u.s.w., die den Hydroderivaten von Diphenyl, Naphthalin, Anthracen, Phenanthren, Reten u.a. polyzyklischen, aromatischen Kohlenwasserstoffen, entsprechen.

3. *Aromatische Kohlenwasserstoffe*, sowohl direkte Benzolderivate wie polyzyklische Verbindungen.

4. *Ungesättigte Kohlenwasserstoffe*, teils aliphatische, Olefine C_nH_{2n} und Acetylenkohlenwasserstoffe, C_nH_{2n-2} , teils zyklische, ungesättigte, hydroaromatische Kohlenwasserstoffe, hauptsächlich Terpene C_nH_{2n-4} .

5. *Karbonsäuren*, hauptsächlich Naphthensäuren, und *Phenole*.

6. *Alkohole, Aldehyde und Ketone*, sind in der Regel in kleinen Mengen vorhanden und sind wenig bekannt.

7. *Schwefelverbindungen*, überwiegend organische Sulfide und Thiophene.

8. *Stickstoffverbindungen*, hauptsächlich basischer Natur, wie Amine, Amide und Pyridine, doch ausserdem auch Ammoniumsalze.

9. „*Harz- oder Teerstoffe*“ von schwach saurem Charakter, entstanden durch

Oxydation und nachfolgender Polymerisation und Kondensation der ungesättigten Verbindungen.

10. *Asphaltstoffe*, neutralen Charakters, ebenso entstanden durch Oxydation, hauptsächlich Dehydrierung, kombiniert mit Polymerisation und Kondensation. Die Asphaltstoffe können auf Grund des Oxydationsgrades, der Löslichkeitsverhältnisse und der übrigen Eigenschaften wie folgt eingeteilt werden:

- a. *harter Asphalt*, unlöslich in Benzin oder Methyläthylketon, Butanon,
- b. *weicher Asphalt*, oder Asphaltpech, unlöslich in Aether-Alkohol (2:1), und
- c. *harzartige Asphaltstoffe*, die durch 70%-igen Alkohol aus dem Öle abgeschieden werden können.

Von diesen Stoffen machen die Kohlenwasserstoffe den Hauptteil der Mineralöle aus; die aromatischen Kohlenwasserstoffe kommen gewöhnlich nur in untergeordneten Mengen vor. Der Gehalt der übrigen angegebenen Bestandteile ist von dem Ursprung und der Raffination der Öle abhängig. Die Raffination geschieht, wie bekannt, durch Behandlung mit Schwefelsäure, Alkali und Filtererde d.h. Hydrosilikate mit grosser Absorptionskapazität. Bei der Raffination werden mehr oder weniger vollständig abgeschieden die Harz-, Teer- und Asphaltstoffe, der grösste Teil der Sauerstoffverbindungen, wie Naphthensäuren, Phenole, Alkohole etc. Auch die Schwefel und Stickstoffverbindungen werden zum grössten Teil abgeschieden. Zur Entschwefelung müssen dazwischen spezielle Massnahmen ergriffen werden, z.B. Behandlung bei höherer Temperatur mit Metalloxyden, wie Kupferoxyd. Weiterhin werden die am stärksten ungesättigten Kohlenwasserstoffe und auch ein Teil der aromatischen Kohlenwasserstoffe abgeschieden. Von der Raffination und dem Auswaschen der Alkalisalze bei derselben, hängt die Beständigkeit der Öle gegen die Oxydation durch Luft ab. Der Sauerstoff der Luft wirkt nämlich direkt oxydierend auf Rohpetroleum und dessen Produkte, besonders bei gleichzeitiger Beleuchtung im Sonnenlicht. Auch hochraffinierte Petroleumprodukte nehmen dabei eine dunklere Farbe an, werden gelb oder braun. Bei längerer Einwirkung entstehen gelbe oder braunschwarze Niederschläge.

Bei der Oxydation werden in erster Linie die Harzstoffe und die ungesättigten Kohlenwasserstoffe angegriffen, doch auch die gesättigten Kohlenwasserstoffe werden beeinflusst, und zwar in je höherem Grade je mehr hochmolekular und je komplizierter sie ihrer Bauart nach sind. Dieses schliesst man daraus, dass die Benzin- und Petroleumfraktionen viel widerstandsfähiger als die Mineralölfraktionen sind. Bei Versuchen mit hochraffinierten russischen Schmierölen zeigte es sich, dass die Sauerstoffabsorption eines Zylinderöles bei 120° C. doppelt so gross war, als die eines Spindelöles, und zwar bei im übrigen gleichen Versuchsbedingungen.

Bei der Oxydation der Mineralöle mit Luftsauerstoff entstehen folgende Hauptprodukte:

1. Kohlensäure, Wasser und flüchtige, niedrige organische Säuren.
2. Teerartige oder harzartige, in Öl lösliche Stoffe von saurem Charakter, *Teerstoffe*, die vermutlich grösstenteils aus Naphthensäuren und Polynaphthensäuren, bestehen.

3. Asphaltartige, in Öl schwerlösliche Produkte von neutralem Charakter, *Asphaltstoffe*, die den Anlass zu einem Niederschlag „Schlamm“ im Öl geben.

Der Verlauf der Oxydation kann durch viele Faktoren beeinflusst werden, nämlich durch die Zusammensetzung und den Raffinationsgrad des Öles, durch die Konzentration des Sauerstoffs (Luft oder reiner Sauerstoff), durch die Temperatur, Zeit, Katalysatoren, Beleuchtung besonders mit Sonnenlicht, sowie schliesslich durch das elektrische Feld.

Bei gewöhnlicher Temperatur geht sicher eine typische Selbstoxydation vor sich, wobei ungesättigte Verbindungen direkt Sauerstoffmoleküle, O_2 , addieren unter primärer Bildung von superoxydartigen Zwischenprodukten, während gesättigte, hochmolekulare Kohlenwasserstoffe Wasserstoffatome paarweise abspalten, die mit Sauerstoffmolekülen Wasserstoff-superoxyd bilden.

Der weitere Verlauf der Oxydation ist wenig bekannt. Mit steigender Temperatur wächst die Schnelligkeit und Intensität der Oxydation. Der Verlauf der Oxydation wird begleitet von Kondensations-, Polymerisations- und Spaltungsreaktionen „cracking“. Die Beleuchtung, speziell im direkten Sonnenlicht, beschleunigt die Oxydation auch bei gewöhnlicher Temperatur und steigert stark die Intensität derselben. Dieses trifft besonders bei Schmierölen ein, eine Beobachtung, die aus den Untersuchungen von *Water* hervorgeht. Dieselbe Erfahrung hat der Verfasser in betreff von hochraffinierten Transformatorenölen gemacht. Sogar reine, gesättigte und aromatische Kohlenwasserstoffe werden bei gewöhnlicher Temperatur kräftig oxydiert, wenn sie dem Sonnenlicht ausgesetzt werden. Dieses haben viele Forscher konstatiert.

Die Oxydationsreaktionen sind Katalysatoren gegenüber recht empfindlich. Von Metallen wirken Kupfer und dessen Legierungen, wie Messing und Bronze, stark beschleunigend, weniger stark wirken Stahl, Eisen, Nickel, Kobalt und Blei, während Zinn, Zink und Aluminium anscheinend eine kleine Wirkung ausüben. Kräftig wirken Kupferoxyd und Eisenoxyd (Rost), sowie Kupfer-, Mangan- und Bleisalze mit Fett-, Harz- und Naphthensäuren. Katalytisch wirkend sind auch die Absorptionsmittel, wie Knochenkohle und Filtererde. Die Oxydation der Mineralöle beschleunigen ferner: freies Alkali und Alkalisalze, z.B. nach der Raffination zurückgebliebene naphthensaure Alkali-Salze, Schwefelverbindungen, teer- und asphaltartige Oxydationsprodukte.

Man hat gefunden, dass die Oxydation, die Polymerisation und die Kondensationsreaktion durch Elektrizität befördert werden, nämlich teils durch Lokalströme, die bei der Berührung zweier verschiedenen Metalle im Öl entstehen, teils durch die Einwirkung eines starken elektrischen Feldes auf das Öl, z.B. in Hochspannungstransformatoren. Dieses Phänomen wird bei dem sogenannten Voltolprozess ausgenutzt. Laut dieses werden Mineralöle (und auch fette Öle) durch dunkle Entladung polymerisiert; sie werden dadurch dickflüssig und können eine sehr hohe Viskosität erreichen.

Von technischem Standpunkt aus kann diese Oxydationsfähigkeit der Mineralöle vorteilhaft und schädlich sein. Dieselbe ist für die synthetische Herstellung

der hochmolekularen organischen Säuren ausgenutzt worden, die die Fettsäuren in der Waschmittelindustrie ersetzen sollten, und auch für die Herstellung von Petroleumasphalt. Schädlich ist die Luftoxydation für Transformatoren- und Schmieröle, die sehr beständig gegen dieselbe sein müssen.

Eine sehr umfangreiche Untersuchungsarbeit ist von verschiedenen Forschern und grösseren chemischen Fabriken in verschiedenen Ländern ausgeführt worden, um die Oxydation von Paraffin und Mineralölfractionen zu höheren organischen Säuren und deren Produkten fabrikmässig durchzuführen. Doch ist eine solche Fabrikation nicht gelungen, da diese künstlichen Produkte nicht mit den natürlichen konkurrieren konnten. Die Oxydation ist mit Luft oder Sauerstoff ausgeführt worden, wobei gleichzeitig auch Ozonisierung versucht worden ist. Ein kleinerer Zusatz von Wasserdampf befördert die Reaktion. Die Temperatur wurde zwischen 100 und 170° C variiert, doch scheint eine Temperatur von 130°—140° C am vorteilhaftesten zu sein. Oxydationsversuche im Autoklaven bei verschiedenem Ueberdruck sind ausgeführt worden. Gewöhnlich sind Alkali oder Soda als Katalysatoren angewendet worden, doch auch andere Stoffe, z.B. harz- und fettsäure Salze des Kupfers, Mangans und Bleis u.a. sind versucht worden. Die Ausbeute der rohen Säureprodukte wird mit 80—90 % angegeben, bei einem Raffinationsverlust von c.a. 10 %. Die Produkte enthalten höhere Säuren, höhere Alkohole und wachsartige Ester. Aus diesen Produkten sind Seife, Schmierseife, Kunstwachs, Glycerinester, entsprechende fette Öle, wohlriechende Ester mit niederen Alkoholen u.s.w. hergestellt worden.

Eine grössere Bedeutung hat die Herstellung von Petroleumasphalt. Dabei wird Luft allein oder gemischt mit Wasserdampf durch den Petroleumrest, aus dem die Benzin und Petroleumfractionen abdestilliert worden sind, bei einer Temperatur von 200—300° C, gewöhnlich 270—280° C, 10—24 Stunden lang hindurchgeblasen. Geeignete Rohmaterialien für die Herstellung von Petroleumasphalt sind asphaltreiche „Asphalt-basen- oder Gemischbasenöle“ und Öle die zur Gewinnung von Benzin dem „cracking“ prozess unterworfen werden. Beim Blasen wird eine relativ unbedeutende Sauerstoffmenge vom Petroleumasphalt gebunden. Der Sauerstoff wirkt hauptsächlich dehydrierend unter Bildung von Wasser. Gleichzeitig geht eine Polymerisation und Kondensation vor sich, so dass hochmolekulare Verbindungen von komplexer Struktur entstehen. Die Produkte einer intensiveren Oxydation bei höherer Temperatur haben eine höhere Bromzahl. Dieses deutet auf das Entstehen von Verbindungen mit doppelter Bindung hin. Beim Asphaltisierungsprozess wird natürlich auch der Kohlenstoff angegriffen, so dass neben Wasser sich auch Kohlensäure bildet.

Das Studium dieser technischen Prozesse erleichtert ein besseres Verstehen des Hauptthemas dieser Mitteilung, nämlich der Widerstandsfähigkeit der Mineralöle gegen die Oxydation durch Luft, und die Prüfung derselben in Hinsicht darauf. Vor allem sind es die Transformatorenöle und gewisse Schmieröle, nämlich Zylinder-, Motor-, Kompressor- und Dampfturbinenöle für die obiges eine Rolle spielt.

In den Transformatoren hat das Öl eine Betriebstemperatur von 50—70° C, doch kann dieselbe bis auf 80—90° C. steigen. In älteren Transformatoren ist das Öl direkt der Luft ausgesetzt, da die Transformatorenkasten offen sind. Die neueren Transformatoren haben einen geschlossenen Transformatorenkasten mit einem Ausdehnungsgefäß, eine Anordnung, die die Wirkung der Luft auf das Öl stark vermindert. Die Oxydation der Transformatorenöle durch den Sauerstoff der Luft resultiert in die Bildung eines schleimartigen oder pulverförmigen Schlammes, der sich auf den Wicklungen, Kühlerspiralen und an dem Transformatorenkasten absetzt; ausserdem entstehen im Öle saure Teerstoffe und organische Säuren, die das feste Isolierungsmaterial, Baumwollenband und Papier, anfressen, und die freien eisernen und kupfernen Metallflächen angreifen. In dem letzteren Falle bilden sich Metallseifen, die sich im Schlamm absetzen, der im übrigen aus Asphaltstoffen besteht. Gebildetes Wasser, das bei ungünstigen Umständen im Öle zurückbleibt, kann auch in Spuren das Isolierungsvermögen des Öles rasch herabsetzen. In der Regel verdunstet jedoch das Wasser unmittelbar infolge der hohen Arbeitstemperaturen.

In Dampfmaschinen, insbesondere in solchen für überhitzten Dampf, können die Zylinderöle den Anlass zur Bildung von koks- und asphaltartigen Ablagerungen in den Zylindern, Schieberkasten, Kanälen und Ventilen geben. Sie entstehen in vielen Fällen durch die Oxydation des Zylinderöles mit Luft-Sauerstoff, der sich in geringer Menge im Dampfe befinden kann, oder auch beim Einsaugen der Luft, der durch undichte Packungen in die Zylinder eindringen kann. Seltener stammen diese Ablagerungen von dem ursprünglichen Asphaltgehalt eines schlecht gereinigten Zylinderöles. Es ist möglich, dass die Ablagerungen von Salzspritzern, Staub oder Rost von der Dampfleitung herkommen, welche Stoffe mit dem Dampf in den Zylinder gesaugt werden.

Die Motorenöle werden in den Motorenzylindern dem Einfluss des Luftsauerstoffs bei hoher Temperatur ausgesetzt und dürften dabei zum grossen Teil verdunsten, trockendestillieren und teilweise bei den Explosionen verbrennen. Die hierbei entstehenden Produkte sollen einen lockeren Russ bilden, der den Abgasen leicht folgen kann, dürfen aber nicht koks- oder asphaltartige Stoffe absetzen.

In Kompressoren ist freilich die Temperatur nicht so hoch wie in Dampfmaschinen und Motorenzylindern, doch sind Kompressorenöle der Einwirkung des Luftsauerstoffes bei gesteigerter Temperatur und hohem Druck ausgesetzt, wobei eine stärkere Oxydation stattfinden kann.

Bei Dampfturbinenölen führt die Oxydation neben dem Entstehen von Ablagerungen auch eine Zunahme der Emulsionsfähigkeit der Öle mit sich — was ein Uebelstand ist. In den modernen Turbinen mit Zirkulationsschmierung wird das Öl durch eine Pumpe aus einem Ölbehälter zu den Lagern und anderen Schmierstellen getrieben, darauf zur Reinigung durch Filter, Kühler- und Wasserabscheider, und wird schliesslich wieder zum Behälter geführt. Hierbei mischt sich das Öl intim mit Luft und Wasser und erwärmt sich auf wenigstens 50—60° C. Diese Umstände sind alle sehr günstig für die Oxydation des Öles.

Auch bei Schmierölen für gewöhnliche Lagerschmierung ist eine Beständigkeit gegen die Oxydation durch Luft in vielen Fällen wünschenswert, wenn auch nicht in demselben Masse wie bei den im Vorhergehenden aufgezählten Ölen.

Die Methodik für die Bestimmung der Resistenz der Mineralöle gegen die Oxydation ist am besten studiert bei den Transformatorenölen. „The International Electrochemical Commission“, welche jährlich zusammentritt, hat während der letzten Jahre durch sein „Advisory Committee on Insulating Oils“ diese Frage eingehend studiert. Bei den meisten Untersuchungsmethoden kann man folgende aufeinander folgende Momente unterscheiden.

1. Ausführung der Oxydation.
2. Bestimmung der Menge des Niederschlages = Asphaltstoffe.
3. Bestimmung der Menge der sauren, sogenannten Teerstoffe.
4. Beobachtung der Zeit, in welcher ein Niederschlag entsteht.
5. Beobachtung des Angriffs von Metallen und festen Isoliermaterialien durch das oxydierte Öl.

Folgende Methoden sind am besten durchgearbeitet und werden bei der Prüfung von Transformatorenölen am meisten angewendet:

1. Kisslings Bestimmung der Teerzahl (Verteerungszahl), als Norm angenommen von der Vereinigung der Elektrizitätswerke Deutschlands und in vielen Ländern angewendet. In Kürze charakterisiert: Erhitzung 70 Stunden auf 120° C und Durchleiten von Sauerstoff ohne Katalysator, Extrahieren der Teerstoffe mit alkoholischer Natronlauge, deren Abscheidung und Wägung.
2. A. C. Michie's „Sludge-test“, als Standard-Methode in Grossbritannien angenommen. Umfasst: Oxydation 45 Stunden, Durchleiten von Luft bei 150° in Gegenwart von Kupfer, Fällung und Wägung des in Benzin unlöslichen Asphaltniederschlages.
3. Stägers Brown-Boveri-Methode. Laut derselben wird 1 Liter Öl in einem Kupfergefäß bei Luftzutritt auf 115° C erwärmt, wobei ins Öl Baumwollfäden gelegt werden. Nach etwa 100, 200 und 300 Stunden werden in verschiedenen Proben der Asphalt-niederschlag (volumetrisch), der Säuregehalt, und die Abnahme der Zugfestigkeit des Baumwollenfadens, bestimmt.
4. Snyders „Life-time-test“, ausgearbeitet an der General Electric Co., U. S. A. Das Öl wird ohne Katalysator bei Luftzuleitung in einer besonders konstruierten Wärmeverrichtung auf 120° erhitzt. Täglich werden kleine Proben genommen, die nach 24 Stunden auf einen Niederschlag untersucht werden.
5. Andersson, A.S.E.A. Schweden, leitet den Sauerstoff durch auf 100° C erhitztes Öl bei Gegenwart von Kupfer und Eisen in einen als Laboratoriums-transformator konstruierten Apparat. Zwischen den Kupferelektroden desselben ist ein elektrisches Feld mit einer Spannung von 10 kV/cm eingeschaltet. Der entstandene Niederschlag und die freien Säuren im Öl und im Schlamm werden in verschiedenen Proben nach 100 und 200 Stunden bestimmt.
6. Der Verfasser hat am Schwedischen Materialprüfungsamt (Statens Provingsanstalt) eine Kombination der Methoden von Kissling und Michie ausgear-

beitet, wobei das Öl 70 Stunden lang unter Hindurchleiten von Sauerstoff und bei Gegenwart von Kupfer auf 120° C erhitzt wird. Nachher werden die Mengen der Asphaltstoffe, Teerstoffe, und der freien Säuren in den Asphaltstoffen und im Öl, bestimmt.

In vielen anderen Ländern, z.B. Italien, Belgien und Frankreich gibt es andere, mehr oder weniger abweichende, nationale Methoden. Die wichtigste Arbeit über die Methode zur Prüfung von Motorenölen ist schon früh von Waters am Bureau of Standards, U.S.A., ausgeführt worden. Nach W. werden kleine Ölproben unter Luftzutritt 2 oder 3 Stunden auf 250° C erhitzt und darauf die Menge der in Petroläther unlöslichen Asphaltstoffe bestimmt.

Aus der vorhergehenden Sammlung von Beispielen kann man schliessen, dass die Faktoren die den Oxydationsverlauf beeinflussen, bei den verschiedenen Prüfungsmethoden, stark variiert worden sind.

Die Dauer der Oxydation ist auf 45, 70, 100 Stunden u.s.w. vorgeschrieben.

Die Temperatur ist fixiert auf 100, 115, 120, 150, 200 und 250° C.

Die Oxydation geschieht mit Sauerstoff oder Luft, die hindurchgeleitet wird, oder mit Luft die nur Zutritt zum offenen Gefäss hat.

Die Oxydation ist ohne und mit Katalysatoren ausgeführt worden, in dem letzteren Falle mit nur Kupfer oder mit Kupfer und Eisen.

Weiter ist ebenso, wie in den Transformatoren, ein elektrisches Feld eingeschaltet worden und übrigens sind die Versuchsbedingungen in vielen Beziehungen variiert.

Eine Einheitsmethode herauszuarbeiten sollte doch möglich sein und wäre aus technischen und geschäftlichen Gründen sehr wünschenswert.

Auf Grund der Erfahrungen am Schwedischen Materialprüfungsamt möchte ich auf einige Details aufmerksam machen, die von grösster Bedeutung sind in Bezug auf die Fehlquellen bei der Anwendbarkeit der Methoden in der Praxis.

1. Es ist sehr wichtig, dass die Probe während der Probenahme und der Verwahrung vor direktem Sonnenlicht geschützt wird, und dass sie vor der Prüfung durch Filtrieren von einem ev. Bodensatz befreit wird. Letzteres speziell wenn das Öl vor der Einfüllung oder Verwendung in der Praxis filtriert wird.

2. Die Zeit der Erwärmung der Probe soll nicht kürzer als 40—50 und nicht länger als 70 bis 100 Stunden sein. Eine längere Dauer der Erwärmung macht die Methode zu zeitraubend und zu teuer.

3. Temperaturen unter 110° fordern eine zu lange Zeit und die Oxydation ist dann nicht ausreichend. Über 120° C weicht die Temperatur zu sehr von der in der Praxis angewendeten ab, und die Schwierigkeit, zuverlässige Resultate zu erhalten, wächst.

4. Die Anwendung von reinem Sauerstoff und reinen Kupferkatalysatoren sind nach meiner Ansicht geeignete Mittel den Oxydationsverlauf auf eine der Praxis entsprechende Weise zu beschleunigen.

Dabei spielt die Art der Behandlung der Oberfläche des Kupfers eine grosse Rolle. Es ist ebenso notwendig, dass genaue Vorschriften in dieser Beziehung gegeben werden, wie dass sie befolgt werden.

5. Bei der Bestimmung der Asphaltstoffe muss ein Benzin angewendet werden, das den Vorschriften, mit engen Grenzen für das Spezifische Gewicht, die Destillation und die Löslichkeit in rauchender Schwefelsäure, d.h. den Gehalt an aromatischen Kohlenwasserstoffen, entspricht.

Am Schwedischen Materialprüfungsamt ist die vorher erwähnte kombinierte Methode zur Prüfung von Transformatorenölen auch mit Erfolg zur Prüfung von Kompressorenölen, Dampfturbinenölen und gewöhnlichen Lagerschmierölen für Systeme mit Zirkulationsschmierung, angewendet worden. Die Resultate der Analyse sind in einigen Fällen mit den praktischen Erfahrungen verglichen worden, und die Methode hat sich als recht anwendbar erwiesen.

In einigen Fällen sind Zylinder- und Motoröle ebenso geprüft worden, jedoch ist die Erfahrung in dieser Hinsicht so klein, dass keine genügende Schlusssätze gezogen werden können. Es ist anscheinend notwendig die Oxydation, ebenso wie Waters, bei bedeutend höherer Temperatur auszuführen um der Praxis näher zu kommen, doch wird in diesem Falle die Schwierigkeit übereinstimmende Werte zu erhalten rasch wachsen.

Von den in den Laboratorien angewendeten und möglichen Methoden zur Prüfung von Transformatorenölen und verschiedenen Schmierölen, hat meiner Erfahrung nach die Prüfung der Widerstandsfähigkeit gegen die Oxydation durch die Luft und die Viskositätskurve, in den meisten Fällen, die grösste praktische Bedeutung. Darum müsste für die Ausführung der laufenden Untersuchungen von Mineralölen eine einfache standardisierte Arbeitsmethode eingeführt werden.

DISKUSSION

Dr. MARSCHALKÓ, Budapest,

macht darauf aufmerksam dass man ausser der Gesamtoxydation auch die verschiedenen Oxydationsprodukte untersuchen soll. Diese sind von Wichtigkeit je nach dem Verwendungszwecke der Oele. Grössere Schlamm Bildung setzt noch nicht immer die Brauchbarkeit der Oele herab. Es gibt Oele mit niedriger Schlamm Bildung, welche aber viele flüssige Oxydationsprodukte geben und umgekehrt. Die Messung der Anfangsgeschwindigkeit der Oxydation soll immer vorangehen.

Prof. Dr. SCHLÄPFER, Zürich,

weist auf folgende Punkte hin:

1. Es wäre wünschenswert dass die verschiedenen Gruppen, die sich mit der Normalisierung der Prüfmethode für die Oxydationsfestigkeit befassen, untereinander fühlungnehmen würden, um einheitliche Gesichtspunkte aufzustellen.
2. Bei der Ausarbeitung von Normen muss darauf Bedacht genommen werden,

dass man den Oxydationsverlauf unter bestimmten Arbeitsverhältnissen verfolgt, denn dieser wechselt bei verschiedenen Oelen. Das Herausgreifen eines einzigen Punktes aus der Oxydationsverlaufskurve ist deshalb nicht immer ausreichend.

3. Die Normenproben dürfen nicht zu kostspielig und zeitraubend sein.

Dr. STÄGER, Baden, (Schw.),

ist der Meinung, dass alle Oxydationsprodukte zu berücksichtigen sind, um nicht eine einseitige Beurteilung zu bekommen.

Anwendung eines elektrischen Feldes während des Versuches hat auf Verschlammlung keinen Einfluss, solange man unter der Coronaspaltung bleibt. Wenn die Glimmentladung beginnt wird die Geschwindigkeit der Oxydationsvorgänge u.s.w. sehr stark gesteigert. Ein elektrisches Feld kann wohl Einfluss haben auf die Ausflockung von Schlammprodukten, welche ohne elektrisches Feld nicht so schnell ausfallen, nicht aber auf die Bildungsgeschwindigkeit selbst. Oft begegnet man der Meinung, dass das Angriffsvermögen auf Baumwolle in direktem Zusammenhange mit der Säurezahl stehen soll. Das ist nicht der Fall. Die Art der gebildeten Säure spielt dabei eine wichtige Rolle.

Dr. E. NORLIN, Stockholm,

erwähnt, dass er die Möglichkeit der Festsetzung eines internationalen Prüfverfahrens bezweifelt, das heisst, wenn man darunter eine umfangreiche Prüfmethode versteht, wie diese von verschiedenen elektrischen Grossfirmen ausgearbeitet worden sind. Dagegen wäre es wohl möglich eine einfache Normenprobe für Abnahmeprüfung zu vereinbaren.

In Erwiderung auf die Bemerkung von Dr. Stäger über den Einfluss des elektrischen Feldes auf die Oxydationsvorgänge teilt Vortr. mit, dass im Staatlichen Materialprüfungsamte, Stockholm, die Untersuchungen in dieser Hinsicht noch nicht genügend fortgeschritten sind, um ein Urteil geben zu können. Ing. Andersson, der A.E.S.A. hat bei Besprechung dieser Frage mitgeteilt, dass einige Oele einen kleinen oder gar keinen, andere aber einen beträchtlichen Unterschied bei der Oxydation mit und ohne elektrischem Felde zeigen.

DIE PRÜFUNG DER SCHMIERMITTEL IN DEUTSCHLAND

von

PATENTANWALT DR. ING. DR. JUR. HILLIGER

Berlin

M.H.! Mein Bericht über die Prüfmethode für Schmiermittel in Deutschland muss sich bei der kurzen, zur Verfügung stehenden Zeit auf die wesentlichsten Gesichtspunkte beschränken, ohne einen Anspruch auf Vollständigkeit zu machen. Ich werde aber die allgemeine Richtung der Arbeiten des Oelausschusses im Deutschen Verband für die Materialprüfungen der Technik darzustellen versuchen.

Die üblichen Prüfmethode zeigen häufig hinsichtlich ihrer Ergebnisse Unterschiede, die teils objektiv im Verfahren, teils subjektiv im Beobachter ihre Ursache haben. Um solche Unterschiede grundsätzlich beheben zu können, suchten wir zunächst die bei den einzelnen Prüfverfahren erreichbare Genauigkeit zu ermitteln. Sie sehen in der nachstehenden Zahlentafel I

Prüfverfahren.	Prüffehler.	Toleranz = Prüffehler + Herstellungs- spielraum.	Abweichungen sind zulässig.
1 Spezifisches Gewicht .	$\pm 0,002$	+ 0,005	nach unten
2 Flammpunkt	$\pm 3^{\circ} \text{C}$	- 5 $^{\circ} \text{C}$	nach oben
3 Stockpunkt	$\pm 2^{\circ} \text{C}$	+ 5 $^{\circ} \text{C}$	nach unten
4 Fliess- u. Tropfpunkt .	$\pm 2^{\circ} \text{C}$	- 5 $^{\circ} \text{C}$	nach oben
5 Erweichungspunkt . . .	$\pm 3^{\circ} \text{C}$	- 4 $^{\circ} \text{C}$	nach oben
6 Viskosität			Die Prozentzahlen beziehen sich auf das Prüfungsergebnis.
bei 20 $^{\circ} \text{C}$ bis 10 $^{\circ} \text{E}$	—	$\pm 1^{\circ} \text{E}$	
„ 50 $^{\circ} \text{C}$ „ 10 $^{\circ} \text{E}$	—	$\pm 10 \%$	
„ 50 $^{\circ} \text{C}$ über 10 $^{\circ} \text{E}$	—	$\pm 5 \%$	
„ 100 $^{\circ} \text{C}$	—	$\pm 10 \%$	
7 Wassergehalt (Zylinderöle)	$\pm 0,1 \%$	+ 0,5 %	nach unten
8 Aschegehalt	$\pm 0,005 \%$	+ 0,01 %	nach unten
9 Mech. Verunreinigungen	$\pm 0,005 \%$	+ 0,01 %	nach unten
10 Säurezahl (mg KOH) .	$\pm 0,02 \%$	+ 0,05 %	nach unten

Prüfverfahren.	Prüffehler.	Toleranz = Prüffehler + Herstellungs- spielraum.	Abweichungen sind zulässig
11 Verseifungszahl	$\pm 0,05$ %	$- 0,1$ %	nach unten
12 Verteerungszahl	$\pm 0,01$ %	$+ 0,02$ %	nach unten
13 Hartasphalt	$\pm 0,02$ %	$+ 0,04$ %	nach unten
14 Kreosotgehalt	$\pm 0,5$ %	$+ 1$ %	nach unten

Zahlenwerte für Prüffehler, die in gut arbeitenden Laboratorien eingehalten werden können.

Bei Angaben über die Anforderungen an Schmiermittel für bestimmte Verwendungszwecke muss man ausser dem Prüffehler noch einen Spielraum berücksichtigen, der durch die Herstellung der Schmiermittel gegeben ist.

Zahlenwerte über die Grösse dieses Spielraumes liessen sich nicht ermitteln, weil die Herstellungsverfahren zu verschieden sind. Wir haben uns deshalb darauf beschränkt, die durch Prüffehler und Spielraum gegebenen Abweichungen durch eine Toleranz zum Ausdruck zu bringen, die in der Zahlentafel 1 Spalte 3 angegeben ist. Bei der Bewertung solcher Toleranzen ist zu berücksichtigen, dass Abweichungen nach einer Richtung, z.B. bei Flammpunkt nach oben oder beim spezifischen Gewicht nach unten nicht als nachteilig angesehen werden. Es ist deshalb sinnwidrig, den Wert in der günstigen Richtung zu begrenzen. In der Zahlentafel ist dieses durch das Vorzeichen zum Ausdruck gebracht.

So besagt z.B. die Angabe -5°C . beim Flammpunkt, dass Abweichungen nach unten auf 5°C . begrenzt sind, während nach oben keine Grenze gezogen ist.

Wir hoffen, dass die Feststellung von Toleranzen etwa auf dieser Grundlage künftig viele unliebsame Streitigkeiten ausschalten wird.

Die Einhaltung kleiner Prüffehler bei Untersuchungen in verschiedenen Laboratorien hat natürlich zur Voraussetzung, dass Prüfgeräte und Prüfverfahren normalisiert sind und an allen Stellen in objektiv gleicher Form angewendet werden.

Wir haben nach dieser Richtung zunächst die Stockpunktprüfung bearbeitet.

ZAHLENTAFEL II

Stockpunktmethode	Autoöl leicht mittelflüssig.	Rumän. Öl. 4,5 b/50
Holde'sche Methode nicht erwärmt	-15° flüssig -20° fest	$- 5^{\circ}$ flüssig -10° fest
Holde'sche Methode erwärmt	$- 5^{\circ}$ flüssig -10° fest	$- 5^{\circ}$ flüssig -10° fest
Richtlinien Methode nicht erwärmt	-22°	$- 8^{\circ}$
Richtlinien Methode erwärmt	-12°	$- 6^{\circ}$
Pour-Test-Methode	-16° -15° -16°	$- 6^{\circ}$ -7° -6°

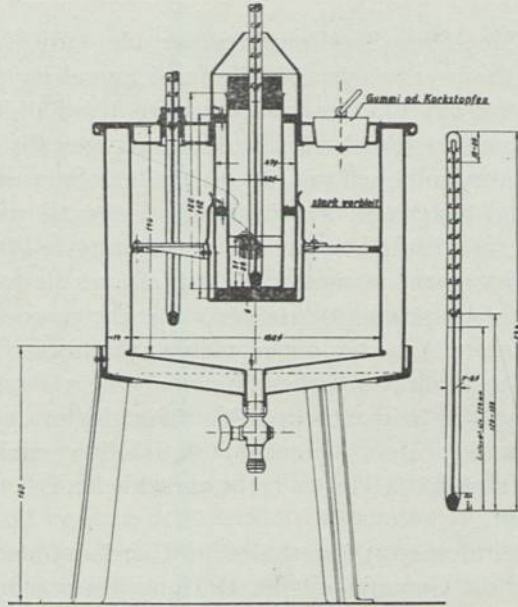


ABB. 1. Stockpunktprüfer nach A. S. T. M.

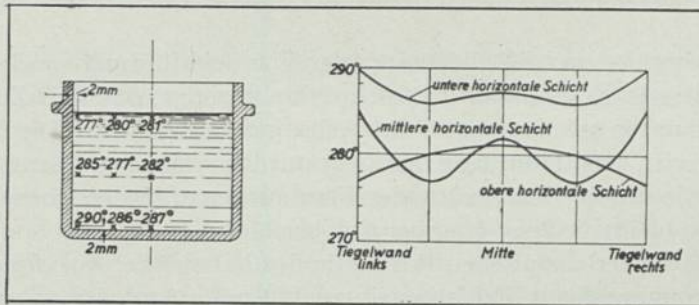


ABB. 2. Temperaturen im Flammpunktiegel nach Schlüter

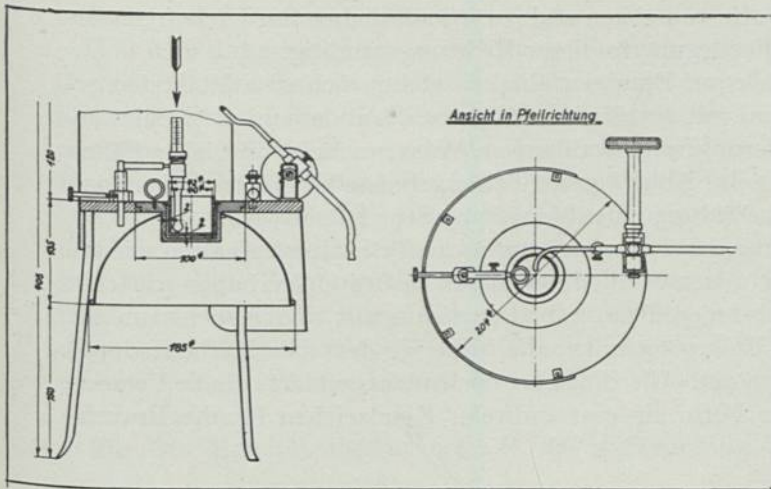


ABB. 3. Flammpunktprüfer nach Schlüter



ABB. 4. Prüfung von Maschinenöl auf Emulgierbarkeit
a. mit destilliertem Wasser;
b. mit 4% Kochsalzlösung

Im Abb. 1 sehen Sie einen Stockpunktprüfer, der auf Grund der amerikanischen Pour test methode entworfen ist. Kennzeichnend für diesen Stockpunktprüfer, ist die Anordnung eines Luftraumes zwischen dem Kühlbad und dem Prüfgefäß, so dass eine langsame gleichmässige Abkühlung gewährleistet ist. Alle Abmessungen des Apparates und auch die für das Prüfergebnis sehr wichtige Vorbehandlung des Öles sind festgelegt. Vergleichende Versuche mit diesem Apparat in verschiedenen Laboratorien haben gut übereinstimmende Werte ergeben, die in der Zahlentafel II wiedergegeben sind. Die Prüfung mit diesem Apparat nimmt aber recht lange Zeit in Anspruch, sodass wir seine allgemeine Einführung nicht empfehlen können. Unsere Arbeiten gehen vielmehr dahin, an die Stelle des nicht genau definierbaren Stockpunktes Viskositätsangaben zu setzen.

In gleicher Richtung wie beim Stockpunktprüfer gingen unsere Arbeiten hinsichtlich des Flammpunktprüfers. Versuche von Schlüter ergaben, dass die Temperatur des Oeles innerhalb des Tiegels recht verschieden ist, wie Sie dies aus der Abb. 2 ersehen können.

Die Stellung des Thermometers innerhalb des Tiegels ist also von ausschlaggebender Bedeutung für die Genauigkeit der Prüfung. Sie wurde bei der Normalisierung eindeutig festgelegt. Gleichzeitig wurde das Sandbad durch ein Luftbad und der Porzellantiegel durch einen Metalltiegel ersetzt. Den neuen Apparat zeigt Abb. 3.

Auch die verschiedenen Möglichkeiten der Flammenführung werden aufhören. Eine vorbereitende Kommission hat sich dahin geeinigt, dass das Zündrohr nur von oben nach unten um eine wagerechte Achse geschwenkt wird. Die Zündflamme brennt wagerecht, ist 10 mm lang und liegt mit ihrer Mitte so über der Mitte des Tiegels, dass die untere Begrenzung der Flamme genau in der Ebene des Tiegelrandes liegt, so bleibt sie 2 sec über der Oeloberfläche.

Auf dem Gebiet der chemischen Prüfmethode hat sich der Ausschuss besonders mit der Bestimmung des in Leichtbenzin ausfallenden Asphalt geschäftigt. Bei der bisher üblichen Methode der Asphaltbestimmung blieb es unklar, in welcher Weise die ausgefällten Stoffe von öligen und paraffinähnlichen Stoffen befreit werden sollen. Eine genaue Festlegung in dieser Richtung ist nötig.

Bei der Prüfung der Oele auf Emulgierfähigkeit stehen sich zwei Methoden gegenüber, von denen die eine mit destilliertem Wasser, die andere mit 4 % Salzwasser arbeitet. Die Emulgierung mit destilliertem Wasser scheint in vielen Fällen die schärfere Prüfung zu sein. Abb. 4 zeigt Prüfergebnisse desselben Oeles nach beiden Methoden. Die Ausbildung einer Normapparatur haben wir eingeleitet.

Hinsichtlich der Prüfung der Transformatoren- und Schalteröle halten wir die Zeit zur Festlegung einer neuen Methode noch für verfrüht. Wir haben zunächst Studien über die verschiedenen Prüfmethode gesammelt und gemeinsam mit dem Verband deutscher Elektrotechniker die bisherige deutsche Methode durch eine Schlammprüfung ergänzt. Allerdings ist noch nicht geklärt, ob die Verteilungszahl in irgend einer Form ein einwandfreies Kennzeichen für die Brauchbarkeit der Oele bildet.

Bei diesen Prüfverfahren hat man es als einen Nachteil empfunden, dass sie eine relativ grosse Oelmenge benötigen, die häufig nicht zur Verfügung steht. Wir haben deshalb Versuche zur Durchbildung einer Kleinanalyse angeregt, die von Meyerheim und Frank durchgeführt wurden. Zur Bestimmung des Flammpunktes benutzten sie einen kleinen Porzellantiegel, mit dem das Oel in das Sandbad des Flammpunktprüfers eingebettet und in der üblichen Weise geprüft wurde. Die so ermittelten Werte stimmen mit den üblichen Werten gut überein.

Zur Bestimmung der Viscosität wurde bei diesen Versuchen das Vogel-Ossag Viscosimeter benutzt, bei dem man mit einer Oelfüllung von etwa 15 ccm unmittelbar die kinematische Zähigkeit ermitteln kann.

Dieser Apparat unterstützt somit in erfreulicher Weise das Bestreben, absolute Einheiten für die Viscosität einzuführen, die nach unserer Ansicht, die Grundlage für eine internationale Verständigung sein dürften.

Auf Grund dieser Arbeiten kann mit einer Oelmenge von etwa 15 bis 20 ccm. eine vollständige und genaue Schmieröluntersuchung in dem üblichen Rahmen durchgeführt werden. Man bestimmt dabei zunächst die Viscosität im Vogel-Ossag Viscosimeter, dann das spezifische Gewicht in dem 10 ccm Pyknometer, ermittelt dann mit 5 ccm Oel den Säuregehalt und bestimmt den Flammpunkt in dem Kleintiegel, in dem man dann anschliessend das Oel zur Bestimmung des Aschegehaltes verascht.

M.H.! Was ich Ihnen bisher vorgetragen habe, waren Hinweise, die als Kleinarbeit für den allgemeinen Ausbau der Prüfmethode von Wichtigkeit sind. Wir sind uns aber darüber klar, dass die genaue Ermittlung der üblichen Analysendaten nicht das letzte Ziel einer neuzeitlichen Oelprüfung ist.

Die Analysendaten ergeben nur Hinweise auf physikalische und chemische Eigenschaften und zeigen damit an, welcher Gruppe das betreffende Oel erfahrungsgemäss eingegliedert werden kann. Sie können aber nicht den Gebrauchswert eines Oeles restlos kennzeichnen. Man beobachtet recht häufig, dass Oele, die nach den Analysendaten den Vorschriften entsprechen, im praktischen Betrieb versagen und nicht entsprechende Oele befriedigen.

Will man diese Verhältnisse recht verstehen, so muss man sich zurückblickend darüber klar werden, dass zunächst die Chemiker sich der Prüfung der Schmiermittel gewidmet haben. Bei diesen Arbeiten im chemischen Laboratorium wurden naturgemäss die Reaktionen beobachtet und durchforscht, die mit den üblichen Hilfsmitteln leicht festzustellen sind. Eine gewisse Freude an der Methode an sich trat hinzu, so dass häufig Prüfungen durchgeführt wurden, die für die Verwendung der Oele im Maschinenbetriebe von keiner oder nur von untergeordneter Bedeutung sind. Wie diese Frage für die jetzt üblichen Prüfmethode zu beantworten ist, möchte ich hier nicht entscheiden. In den Kreisen unseres Ausschusses ist aber allgemein anerkannt, dass die Prüfmethode, wie sie jetzt vorliegen, nicht ausreichen, um die Eigenschaften eines Oeles für sein Verhalten im Betriebe einwandfrei zu kennzeichnen.

Für den Maschinenbetrieb ist z.B. die Veränderung des Oeles während einer

längeren Betriebszeit, die Alterung des Oeles, eine der wichtigsten Fragen. Nach unseren Versuchen ist die ungünstige Veränderung der Oele im Betrieb im wesentlichen eine Folge des Sauerstoffes, die besonders dann stark zu sein scheint, wenn die Oxydation an einer Stelle schon eingeleitet ist. Entscheidend ist dabei aber die Oberflächenverteilung des Sauerstoffes, die natürlich in einem Dampfluftgemisch anders als in der gewöhnlichen Atmosphäre ist. Man wird auch die chemische Konstitution der Oele beachten müssen, da es nicht gleichgültig zu sein scheint, ob ein Oel auf Paraffinbasis oder Naphthenbasis beruht.

In der hier angedeuteten Richtung dürfte die chemische Prüfung der Oele noch ergänzt werden müssen. Aber auch die Ermittlung weiterer physikalischer Werte scheint für die Beurteilung der Oele von Bedeutung zu sein.

Eine grosse Rolle spielt zur Zeit der Begriff der Schlüpfbarkeit eines Oeles, den man aus molekularen Erscheinungen an den gleitenden Flächen namentlich im Zustand der halbflüssigen Reibung zu erklären sucht. In diesem Zusammenhange erscheinen Versuche, die sich vor einiger Zeit über das Verhalten der Schmiermittelschicht im Dampfmaschinenzylinder durchführte, von Interesse.

Diesen Versuchen lag der Gedanke zugrunde, dass ein Schmiermittel um so besser ist, je fester es an den Gleitflächen haftet und je länger es dem Abschaben durch die darüber gleitenden Kolbenringe Widerstand leistet. Um dies zu prüfen, wurde in dem Zylinder eine sehr dünne Oelhaut dadurch gebildet, dass man nach einigen Betriebsstunden mit normaler Schmierung die Oelzufuhr vollkommen abstellte. Während der normalen Schmierung bildet sich an den Laufflächen des Zylinders eine Oelhaut. Gleichzeitig sammeln sich kleine Oelvorräte zwischen den Kolbenringen und in den anderen toten Räumen des Zylinders an, die bei Unterbrechung der Schmierung zunächst die Oelhaut an den Zylinderwandungen wieder ergänzen.

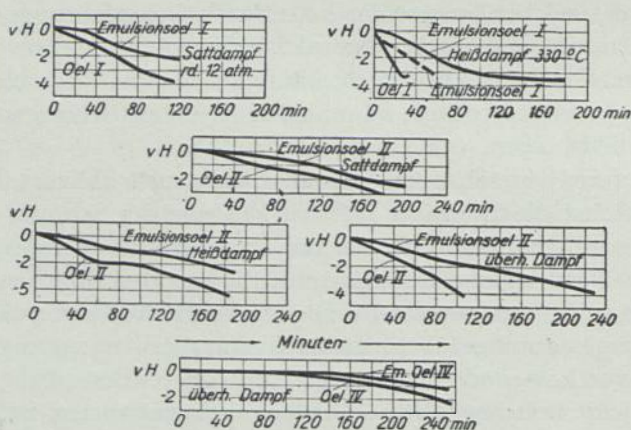


Abb. 5. Verlauf des mechanischen Wirkungsgrades nach abgestellter Schmierung

in denen die Abnahme des Wirkungsgrades abhängig von der Zeit angegeben ist. Ich muss es mir hier versagen, auf die Art der Oele näher einzugehen. Aus dem

Erst allmählich wird die Reibung durch die Abnutzung der Oelhaut grösser und der mechanische Wirkungsgrad geringer. Je langsamer diese Abnahme des Wirkungsgrades erfolgt, desto besser haftet das Oel an den Wandungen und bietet selbst in einer schon sehr dünn gewordenen Oelhaut eine noch ausreichende Schmierwirkung.

Aus zahlreichen Versuchen sind in Abb. 5 einige Kurven über den Verlauf des Wirkungsgrades aufgezeichnet,

Verlauf der Kurven lassen sich aber deutliche Unterschiede für die Schmierfähigkeit der Oele entnehmen. Zahlenmässig sehen Sie diese Unterschiede in der Zahlentafel 3, in der die Zeit angegeben ist, in der der Wirkungsgrad nach abgestellter Schmierumg um 1 % abnimmt.

ZAHLENTAFEL III

Zeit in Minuten, in der der Wirkungsgrad nach abgestellter Schmierumg um 1 vH abnimmt.

Oelsorte.	Satttdampf		Mässig überhutzter Dampf.		hoch überhitzter Dampf	
	Oel	Emulsionsoel.	Oel	Emulsionsoel.	Oel	Emulsionsoel.
I	31	55	9	37	—	15
II	70	112	38	85	31	65
III	—	—	—	—	84	150
IV	—	—	193	250	178	255

Mit welchen physikalischen Kennzahlen man diese Eigenschaften erfassen kann, ist noch nicht geklärt. Die Oberflächenspannung, die Benetzungswärme oder das Molekularvolumen können vielleicht einmal Hinweise für die weitere Entwicklung bieten. Schon jetzt aber sollte man zugeben, dass die Einhaltung der üblichen Kennzahlen nicht der innere Grund sondern nur *eine* der Voraussetzungen für die Bewährung des Schmiermittels ist.

Vielleicht wird man auch bei der Beurteilung der üblichen Prüfwerte umlernen müssen und z.B. den Begriff der chemischen Reinheit nicht mehr als Mass für die Schmierfähigkeit ansehen dürfen. Denn nach manchen Versuchen scheinen doch Stoffe, die man meist noch als störende Verunreinigungen zu bezeichnen pflegt, z.B. Fettsäure, organische Basen und dgl., die Schmierwirkung zu verbessern, obwohl sie das Oel nach den üblichen Kennzahlen verschlechtern.

In dieser Richtung können entscheidende Fortschritte nur praktische Versuche an den Maschinen selbst bringen. Von den Arbeiten auf diesem Gebiete möchte ich nur Versuche von Vieweg erwähnen. Er bestimmte die Dicke des Ölfilms im Lager, indem er das Lager bei vollständiger Schmierumg als einen elektrischen Kondensator ansah. Aus Kapazitätsmessungen konnte er mit ausreichender Genauigkeit die relative Filmdicke bei verschiedenen Drehzahlen ermitteln.

Eine weitere Anregung brachten Versuche von Kiesskalt, bei denen sich ergab, dass die Zähigkeit der Schmiermittel bei hohen Drücken ganz erheblich zunimmt. Die zahlreichen theoretischen und praktischen Arbeiten auf dem Gebiete der Lagerschmierung, die den Einfluss des Druckes auf die Viscosität des Oeles vernachlässigen, werden deshalb wohl einer Nachprüfung unterzogen werden müssen.

M.H! Kehren wir nach diesem kurzem Ausblick zurück zu den jetzt üblichen Prüfmethode. Wir haben gemeinsam mit dem Verein Deutscher Eisenhüttenleute die Anforderungen ermittelt, die man hinsichtlich der einzelnen Prüfwerte an die Öle zur Verwendung für bestimmte Betriebszwecke zu stellen pflegt. Diese Anforderungen sind als „Richtlinien für die Prüfung und den Einkauf von Schmier-

mitteln" veröffentlicht. Derartige Richtlinien geben den Betriebsleitern und den Einkäufern wertvolle Hinweise bei der Auswahl der Oele. Sie können und sollen aber nicht die wissenschaftlichen und versuchstechnischen Arbeiten auf dem Schmiermittelgebiet einschränken oder etwa gar ersetzen. In dieser Richtung sind viele Kräfte in Deutschland tätig, deren Arbeit voraussichtlich eine erfreuliche Weiterentwicklung bringen wird.

DISKUSSION

Ing. M. SPINDEL, Innsbruck

bemerkt, dass die wichtigsten Eigenschaften der Oele durch die jetzigen Prüfmethoden nicht erfasst werden. Viskositätsmessung geschieht ohne Druck und bei einer Geschwindigkeit, welche durch die Viskosität des Oeles selbst bestimmt wird. In einem Lager sind die Verhältnisse ganz anders. Die Faktoren, Druck und Geschwindigkeit, sollen mitberücksichtigt werden. Bei flüssiger und halbflüssiger Reibung verhalten sich die Schmierolee eigentlich ebenso wie sich abnützende feste Stoffe. Bestimmung der Tragfähigkeit des Oelfilms hat wichtige Resultate gegeben, welche auf andere Weise nicht ausgefunden worden sind.

Derartige Schmierölprüfungen sind mit der im Vortrag A₇ „Prüfung der Abnutzung“ beschriebenen Abnutzungsprüfmaschine der M. A. N. in Nürnberg durchgeführt und in der „Sparwirtschaft“ (A. W. B. Ausschuss für wirtschaftliche Betriebsführung) 1926, Heft 2 und 3, sowie in „Petroleum“ 1926 veröffentlicht worden.

DR. STÄGER, Baden, (Schw.)

hat die Bestimmung des Stockpunktes durchgeführt durch Aufnahme von Viskositätskurven bei niedrigen Temperaturen.

Bei Untersuchungen der Emulgierbarkeit von Oelen wird noch öfter vorgeschrieben die Versuche mit Natriumchlorid-Lösung auszuführen statt mit destilliertem Wasser. Kochsalzlösung emulgiert aber nie, flockt dagegen eine Emulsion aus. Kochsalzlösung gegenüber sind alle Oele also nicht emulgierend.

Bei der Oeluntersuchung ist kein Bedürfnis für Kleinanalyse. Auch zur Vermeidung von Streit bei Abnahmeprüfung sind grosse Muster erforderlich.

Dr. MARSCHALKÓ, Budapest

bestimmt ebenfalls das Stockpunkt aus Viskositätsdaten. Er macht dabei Gebrauch von der Vogelschen Formel. Bei Paraffin-haltigen Oelen ist diese Formel aber nicht anwendbar.

Prof. SCHLÄPFER, Zürich

Der Vortragende gibt in der vorgeführten Tabelle ziemlich grosse Toleranzen z.B. für die Viskosität. Es wäre zu wünschen, dass Prüfämter ihre Analysenwerte der Genauigkeit der Apparate anpassen; so ist es unrichtig Viskositätzahlen auf 2 Stellen nach dem Komma anzugeben, wenn doch sichergestellt ist, dass in verschiedenen Apparaten viel weiter auseinander gehende Werte gefunden werden.

Solche Angaben führen besonders im Handel zu Unsicherheiten und vielen Unstimmigkeiten; sie untergraben das Vertrauen in die Untersuchungsstellen.

Dr. E. NORLIN, Stockholm

teilt mit, dass in Schweden in verschiedenen Lieferungsvorschriften eine Toleranz eingeführt worden ist, und dass die zwischen Verkäufer und Verbraucher neutral stehenden Laboratoria sehr gute Erfahrung mit dieser Anordnung gehabt haben.

Dr. HILLIGER

teilt mit dass Toleranzen in die Anforderungen voraussichtlich bald aufgenommen werden. Die Ergebnisse der Stockpunktbestimmungen sind von den gebrauchten Methoden abhängig und daher ziemlich willkürlich. Versuche sind im Gange die Stockpunktbestimmung durch Viskositätsmessung zu ersetzen.

Die Kleinanalyse hat nicht den Zweck die übliche Analyse zu ersetzen. Bei Dauerversuchen an Maschinen stehen aber nicht immer grössere Mengen Oel zur Verfügung und dann leistet die Kleinanalyse gute Dienste.

VISCOSITY TESTING OF PETROLEUM

based on extended investigation of the determination of the Viscosity of Petroleum by means of the Saybolt Universal and Saybolt Furol Viscosimeters, conducted under the joint auspices of the American Petroleum Institute and the American Society for Testing Materials in 1922 to 1924.

by

INSPECTION ENGINEER V. L. CHECHOT

(In behalf of the A. P. I. Committee on Viscosity Standards)

INTRODUCTION

Gentlemen of the Congress:

You are probably all familiar with the fact that the oil industry of the whole world up to the present moment is using the so called commercial viscosimeters for determining the viscosity of oils

The ultimate aim of all of us is to express this term in scientific measures. We are all familiar with the terms of „centipoise”, but still express ourselves in seconds degrees, cc/hr etc. The engineers however in their calculations are using the centipoise, and are really ahead of us in this respect. We are all looking forward to the time when all the chemists of the oil industry will not only talk Viscosity in terms of centipoises, but as well will be able to determine the property of oil on a universally adopted standard-Viscosimeter, giving results in centipoises and thus avoid the trouble of misunderstandings as well as the troublesome conversion of viscosities from one instrument to another

Unfortunately we are not yet so far, and this fact was well realized by the American oil industry, which concentrated every effort to bring the viscosity determination on the Saybolt Viscosimeter as well as on the Furol Viscosimeter to a state when different operators on a given oil with different instruments of the same kind would obtain concordant results.

You also realize that it is impossible to standardize a Viscosimeter by linear dimensions only, and some other means must be adopted.

In this connection the following results of a preliminary investigation made in February, 1922, will be of interest: (a) From a total of 26 laboratories reporting, sixteen made a definite effort to keep their instruments in line with others, either

by maintaining primary standards, by returning tubes to Geo. M. Saybolt (manufacturer) for checking, or by comparative work with other companies. (b) The viscosities reported on a certain oil by the various laboratories varied from 200 to 223 seconds at 100° F ($\pm 12.5\%$), eight laboratories checking within 1%.

A meeting was held at the Bureau of Standards, November 14, 1922, to consider the general question of viscosimeter standardisation and resulted in the appointment of the American Petroleum Institutes Committee on Viscosity Standards, for the purpose of placing the standardisation of viscosimeters on a satisfactory basis. The Committee consisted of the following members:

T. G. DELBRIDGE, Chairman,	The Atlantic Refining Company
J. T. B. BOWLES	Tide Water Oil Company
ROGER CHEW	Standard Oil Company (New Jersey)
W. H. HERSHEL	Bureau of Standards
K. G. MACKENZIE	The Texas Company
W. E. PERDEW	Sinclair Refining Company.
	(Eastern Division, formerly Union Petroleum).

SCOPE OF COMMITTEE WORK

The scope of the work planned by the Committee may be summarized as follows:

a. To devise practical working directions or a method of operation for the Saybolt Universal and Furol Viscosimeters, so that the observed Saybolt or Furol seconds on the same oil, with the same instrument, but by different operators, will check closely, as within one per cent.

b. To establish practical reference standards for viscosity, Saybolt Universal and Furol, which will serve the American Petroleum Industry until such time as the Bureau of Standards may devise an absolute standard.

c. To devise a practical method for correcting the results obtained from any given Saybolt Universal or Furol Viscosimeter so that the *reported* Saybolt or Furol seconds on the same oil, by different operators working with different instruments, will check closely, as within two per cent.

STANDARDIZATION OF SAYBOLT UNIVERSAL VISCOSIMETER.

The first step in the standardisation of the Saybolt Universal Viscosimeter was to select a reference oil which could not change in viscosity with time and to distribute this oil to the laboratories of members of the Committee. When this oil, known as A. P. I. Oil No. 1, was tested according to the methods which the committee members considered most accurate, and on Saybolt tubes which they considered standard, the average time of flow was 181.4 seconds, with reported values varying from 180.0 to 182.7 seconds. (See table No. I, Appendix I).

Further tests were made with this same oil using a method based on the A. S. T.

M. method D —27 — 21 modified by specifying a water bath at a temperature of $100.25 \pm 0.05^\circ \text{F}$. The average viscosity was found to be 181.17, with a maximum of 182.7 and a minimum of 180.0 seconds. (See first line, Table 2, Appendix I). These tests were thoroughly discussed at a meeting held in Atlantic City, June 22, 1923, and it was finally agreed by the committee to adopt the value of 181.0 seconds as the Viscosity Saybolt Universal at 100°F . of A. P. I. Oil No. 1, this being the average value of a Saybolt Universal Viscosimeter in good mechanical condition and conforming to the A. S. T. M. linear dimensions, with a room temperature of about 77°F ., and a bath temperature of 100.25°F .

Tests in the different laboratories on other oils of viscosities ranging from 92 to 500 seconds at 100°F . (Table 2, Appendix I), led to the conclusion that tubes of standard dimensions which agree at one viscosity would agree at all others, and that therefore one oil was sufficient for the calibration of a viscosimeter tube. The Bureau of Standards was accordingly asked to adjust two Saybolt Universal Viscosimeter tubes (A 29 and A 30) to give a time of flow of 181.0 seconds at 100°F ., for A. P. I. Oil No. 1, using the same method of operation as had been used by the committee in arriving at this time of flow. One of the tubes, so adjusted, was circulated and examined at the laboratories of the committee members, and was found to give an average time of 180.99 seconds, with a maximum of 181.26 and a minimum of 180.5 seconds.

Additional data confirming the conclusion that one oil is sufficient for the standardization of a viscosimeter tube is contained in tables 4 and 5, Appendix I.

At a meeting in Washington, November 9th, 1923, it was agreed that this tube (A-29) should be regarded as the Bureau of Standards master tube for the standardization of all Saybolt Universal Viscosimeters. It was further agreed to indorse the practice of the Bureau of Standards of certifying the linear dimensions and time of flow of all Saybolt Universal Viscosimeters which they standardize. These certificates also specify the corrections to be applied. Certificates as to linear dimensions only are not to be issued.

The question arose as to whether tubes which agree at 100°F . will agree at 210°F ., i.e. whether standardization at one temperature is sufficient. It was found that tubes which gave a time of flow of 181 seconds on A.P.I. Oil No. 1, at 100°F . gave concordant results at 210°F ., and equally concordant results could be obtained with other tubes when the necessary corrections were applied to the observed readings. The A.S.T.M. method D 88—23 T. was used in the determination of viscosity at 210°F ., modified by heating the water bath by injection of steam. With an oil giving an average time of flow of 215.9 seconds at 210°F . the reported results, corrected when necessary, varied from 214.3 to 216.9 seconds. (See table 6, Appendix I). In a similar investigation in the chairman's laboratory, instruments of different designs and materials were used, with equally satisfactory results.

At a meeting of the committee in New-York, March 27th, 1925, it was decided:

1. That a water bath heated by injecting steam shall be used for the determination of viscosity at 210°F ., the bath temperature, not exceeding 212°F ., to be such as to maintain thermal equilibrium in the oil tube.

2. That Saybolt Universal Viscosimeters shall be standardized at 100° F., keeping the water bath at such temperature, not exceeding 100.25° F., as will maintain thermal equilibrium in the oil tube.

3. That one oil (A. P. I. Oil No. 1) shall be used for the standardization of the Saybolt Universal Viscosimeters.

4. That the following table of corrections shall be used:

CORRECTION TABLE FOR SAYBOLT UNIVERSAL VISCOSIMETER

Corrections are in seconds for observed times of up to 300 seconds. For observed times over 300 seconds corrections are in per cent

Observed Time	Corrections to be subtracted				KV Master Tube	Corrections to be added			
	sec.	sec.	sec.	sec.		sec.	sec.	sec.	sec.
32	0.4	0.3	0.2	0.1	.0115	0.1	0.2	0.3	0.4
40	0.5	0.4	0.3	0.1	.0417	0.1	0.3	0.4	0.5
50	0.7	0.6	0.4	0.2	.0740	0.2	0.3	0.5	0.7
60	0.9	0.7	0.5	0.2	.103	0.2	0.5	0.7	0.9
70	1.2	0.8	0.6	0.3	.130	0.3	0.6	0.8	0.1
80	1.4	1.0	0.7	0.3	.156	0.3	0.7	1.0	1.4
90	1.6	1.2	0.8	0.4	.181	0.4	0.8	1.2	1.6
100	1.8	1.4	0.9	0.4	.206	0.4	0.9	1.3	1.8
125	2.4	1.8	1.1	0.5	.266	0.5	1.1	1.7	2.3
150	2.9	2.2	1.4	0.7	.324	0.7	1.4	2.1	2.8
175	3.4	2.5	1.7	0.9	.381	0.9	1.7	2.5	3.3
200	3.9	2.9	2.0	1.0	.437	1.0	2.0	2.9	3.9
225	4.4	3.3	2.2	1.1	.492	1.1	2.2	3.3	4.4
250	4.9	3.7	2.5	1.3	.548	1.3	2.5	3.7	4.9
275	5.4	4.0	2.8	1.4	.603	1.4	2.8	4.0	5.4
300	5.9	4.4	3.0	1.5	.658	1.5	3.0	4.4	5.9
Over 300	2.0%	1.5%	1.0%	0.5%		0.5%	1.0%	1.5%	2.0%

A single column of the table gives corrections for tubes which, at viscosities above 300 seconds, Universal, show a deviation from the Bureau of Standards master tube amounting to the value given in per cent at the bottom of the column. At lower viscosities the percentage deviation would be variable and the correction is given in seconds. When a tube is certified by the Bureau of Standards, the column of corrections applying to that particular tube is given on the certificate. The table of corrections was prepared by the U. S. Bureau of Standards and approved by the A. P. I. Committee on Viscosity Standards.

The general equation used in deriving the table is as follows:

$$(1) \frac{\mu}{\gamma} = KV = At - \frac{B}{t}$$

where μ is absolute viscosity in C. G. E. terms; γ specific Gravity of oil at temperature of test. KV — Kinematic Viscosity and is applicable only to 125 seconds for the Saybolt Universal Viscosimeter with the B. value of 1.9 and A value of approximately .00226. At higher viscosities (above 200 sec. universal).

$$(2) \frac{\mu}{\gamma} = KV = Gt$$

with G value of approximately .00220.

Between the regions here equations 1 and 2 apply, there is a region for which no equation has been found and therefore these values, as given in the tables, were calculated with the aid of diagrams.

5. That corrections corresponding to the proper column of the table, as outlined above, shall be applied to all temperatures of test.

The above recommendation of the A. P. I. Committee on Viscosity Standards, in so far as they refer to methods of test, have been incorporated in the Standard Method D 88—26 of the American Society for Testing Materials, and the Committee feels that the question of standardization and operation of the Saybolt Universal Viscosimeter is now in satisfactory form and that a convenient method is now available for the oil industry to check up all their instruments, so that in the future no serious discrepancies will occur in reported methods.

STANDARDIZATION OF SAYBOLT FUROL VISCOSIMETER

The situation with the Furol Viscosimeter was not as serious as with the Saybolt Universal Viscosimeter, due to the fact that the Furol Viscosimeter was devised and put into purchase only recently. Nevertheless, an investigation similar to that conducted in the case of the Saybolt Universal was carried out by the Committee and is briefly described here.

A reference oil known as A.P.I. Oil no. 210 was selected and distributed to the laboratories of members of the Committee. When tested according to the A.S.T.M. Method D—88—23 T, modified by specifying water bath at 122.25° F., the average time of flow was 186.1 seconds with a maximum of 187.8 and a minimum of 184.9, using instruments considered by the members as standard. (See tables 1 and 2, Appendix II).

These tests were thoroughly discussed at a meeting of the Committee in New-York, March 27th, 1924, and it was finally agreed to adopt the value of 186.0 seconds as the Viscosity Furol at 122° of A.P.I. Oil No. 210, with the water bath at such a temperature (not exceeding 122.35° F.) as to maintain the oil in thermal equilibrium, 186 seconds being the average value on a Furol Viscosimeter in good mechanic condition and conforming to the A. S. T. M. linear dimensions, with a room temperature of about 77° F.

The Bureau of Standards was accordingly asked to adjust a Furol Viscosimeter tube to give a time of flow of 186.0 seconds on A.P.I. Oil No. 10 using the same method of operation, as had been used by the Committee in obtaining this value. The tube, so adjusted, was examined by the Committee and was found to give an aver-

age time of flow of 186.0 seconds with a maximum of 185.5 and a minimum of 186.0 seconds. (See table 3, Appendix II).

As this particular oil was not exactly suitable for standardization work, due to the dark colour, another oil, known as A.P.I. Oil No. 200, was sent to the members of the Committee. When tested in the adjusted Bureau of Standard tube, this new oil gave an average figure of 148.5 seconds, with a maximum of 149.5 and a minimum of 147.3 seconds. (See table 3, appendix DI).

By a letter ballot it was unanimously agreed that this tube (A—30) should be regarded as the Bureau of Standards master tube for the standardization of all Furol Viscosimeters, and 148.5 seconds should be considered the Viscosity of A. P. I. Oil no. 200 at 122° F. with a water bath not exceeding 122.35° F.

It was further agreed to indorse the practice of the Bureau of Standards certifying the linear dimensions and time of flow of all Furol Viscosimeters which they standardise. These certificates also specify the corrections to be applied. Certificates as to linear dimensions only are not to be issued.

It was also decided:

1. That a water bath not exceeding 122.35° F., that will maintain thermal equilibrium in the oil tube shall be used.
2. That the Furol Viscosity shall be standardized at 122° F.
3. That one oil (A. P. I. Oil No. 200) shall be used for the standardization of all Furol Viscosimeters.
4. That a table prepared by the Bureau of Standards and approved by the A. P. I. Committee on Viscosity Standards shall be used for correction.

CORRECTION TABLE FOR SAYBOLT FUROL VISCOSIMETER

Corrections are in seconds for observed times up to 100 seconds. For observed times over 100 seconds, corrections are in per cents.

Observed time	Corrections to be subtracted				KV Master Tube	Corrections to be added			
	sec.	sec.	sec.	sec.		sec.	sec.	sec.	sec.
25	0.5	0.4	0.2	0.1	.486	0.1	0.2	0.3	0.4
26	0.5	0.4	0.2	0.1	.512	0.1	0.2	0.4	0.5
27	0.5	0.4	0.3	0.1	.537	0.1	0.2	0.4	0.5
28	0.5	0.4	0.3	0.1	.562	0.1	0.3	0.4	0.5
29	0.6	0.4	0.3	0.1	.586	0.1	0.3	0.4	0.5
30	0.6	0.4	0.3	0.1	.610	0.1	0.3	0.4	0.6
35	0.5	0.5	0.3	0.2	.730	0.2	0.3	0.5	0.7
40	0.8	0.6	0.4	0.2	.846	0.2	0.4	0.6	0.8
45	0.9	0.7	0.4	0.2	.960	0.2	0.4	0.6	0.9
50	1.0	0.8	0.5	0.2	1.072	0.2	0.5	0.7	1.0
60	1.2	0.9	0.6	0.3	1.292	0.3	0.6	0.9	1.2

Observed time	Corrections to be subtracted				KV Master Tube	Corrections to be added			
	sec.	sec.	sec.	sec.		sec.	sec.	sec.	sec.
70	1.4	1.1	0.7	0.3	1.507	0.4	0.7	1.0	1.4
80	1.6	1.2	0.8	0.4	1.804	0.4	0.8	1.2	1.6
90	1.8	1.3	0.9	0.4	1.939	0.4	0.9	1.3	1.8
100	2.0	1.5	1.0	0.5	2.155	0.5	1.0	1.5	2.0
Over 100	2.0%	1.5%	1.0%	0.5%		0.5%	1.0%	1.5%	2.0%

A single column of the table gives corrections for tubes which at viscosities above 100 seconds, Furol, show a deviation from the Bureau of Standards master tube amounting to the value given in per cent at the bottom of the column. At lower viscosities the percentage deviation would be variable and the correction is given in seconds. When a tube is certified by the Bureau of Standards, the column of corrections applying to that particular tube is given on the certificate.

Equation 1 (page. 450) is applicable only to 40 seconds, with B value of 1.9 and A value of approximately .0224. At higher viscosities, above 80 seconds, equation 2 (page 451) is applicable with C value of approximately .0216.

The above recommendations of the A. P. I. Committee on Viscosity Standards, as far as they refer to methods of test, have been incorporated in the Standard Method D. — 88—26. of the American Society for Testing Materials, and the Committee feels that the question of standardization and operation of the Furol Viscosi meter is now in satisfactory form and that in future no serious discrepancies will occur in reported results.

APPENDIX I

STANDARDIZATION OF SAYBOLT UNIVERSAL VISCOSIMETER

TABLE I. *Results of Tests on A. P. I. Oil No. 1 January, 1923*
Individual methods and Viscosimeter Tubes used.

Lab. No.	Corrected time in Seconds	Deviation from Average in Seconds	Deviation from Average per cent
1	182.4	1.0	0.53
2	181.3	0.1	0.06
3	182.7	1.3	0.72
4	180.0	1.4	0.77
5	181.6	0.2	0.11
6	180.3	1.1	0.61
Average	181.4	0.85	0.47

Each figure in column 2 represents the average of five or more determinations. The values first reported by laboratories Nos. 4 and 6 were 179.8 and 177.9 respectively, the values in the tables being final values obtained on rechecking.

TABLE 2. *Results of Tests on Four Oils June 1923*
Individual Viscosimeter Tubes, Same Method of Operation

A. P. I. Oil No.	Laboratory No.					Average deviation			
	1	3	4	5	6	A	Avg.	Sec.	%
1	182.4	182.7	180.0	181.6	180.3	179.8	181.17	1.06	0.53
3	92.5	92.9	91.3	91.8	92.7	91.3	92.07	.63	.68
4	286.5	287.3	284.2	282.4	283.4	283.0	284.50	1.64	.58
5	502.5	505.2	498.8	498.5	498.0	497.0	500.20	2.61	.52

TABLE 3. *Results of Tests on A. P. I. Oil No. 1. October 1925*
Using Bureau of Standards Master Tube, A—29, and Same Method
of Operation

Laboratory No.	Viscosity, Seconds
1	180.72
2	181.00
3	181.26
4	181.26
5	181.20
6	180.50
Average	180.99

TABLE 4. *Comparison of Bureau of Standards Master Tubes*
A—29 Tests made in Chairman's Laboratory. A—30 Tests made in Bureau of
Standard's Laboratory

Oil Number	Viscosity as determined by Tube	
	A-29	A-30.
1	185.2	185.0
2	311.5	311.9
3	513.5	513.6
4	185.5	185.5
5	306.2	334.3
6	513.6	513.5

TABLE 5. Comparison of three Tubes of Different Materials and Designs at 100° F. Test made in Charman's Laboratory

Oil	Viscosity as Determined by Tube Number		
	1	2	3
A	92.4	92.4	92.3
A. P. I. N°. 1	180.7	181	181.2
B	284.	285	284.6
C	285	285.5	285.1
D	368.6	370	368.1
E	499	502	500.3

Tube 1: Bureau of Standards A—29, bronze oil tube with interchangeable stainless steel outlet tube.

Tube 2: Tube No. 3883, with brass oil tube and cutlet tube.

Tube 3: Stainless steel tube with interchangeable stainless steel outlet tube

TABLE 6. Results of Tests on A. P. I. Oil No. 210° F. March 1924
By the same Methods but different Tubes

Lab. No.	Corrected Time in seconds	Deviation from Average in	
		seconds	Per Cent.
1	216.7	0.7	0.32
2	216.2	0.2	.09
3	215.9	0.1	.05
4	215.3	0.7	.32
5	214.3	1.7	.79
6	216.9	0.9	.41
Average	215.9	0.716	.33

The reported Viscosities are the values obtained with instruments giving exactly 181.0 seconds at 100° F. on A. P. I. Oil N°. L, or the observed values corrected to agree with such an instrument.

TABLE 7. Comparison of Five Tubes of different Manufacture at 210° F. Tests made at Chairman's Laboratory

Oil	Observed Time, Tube No.			Corrected Time, Tube No.	
	1	2	3	4	5
1	89.5	89.5	89.5	89.6	89.3
2	147	146.6	146.6	146.6	146.4
A. P. I. 210	216.4	216.7	216.3	216.4	215.7

Tubes 1, 2 and 3 — Same as described in Table 4.

Tubes 4 and 5 — Provided with Monel Metal outlet tubes.

APPENDIX II

STANDARDIZATION OF SAYBOLT FUROL VISCOSIMETER

TABLE 1. *Tests on A. P. I. Oil No. 210 (Temp. of Bath 122.50°). By A. S. T. M. Method D—38—23 Modified*

Lab. No.	Corrected Time in Seconds	Deviation from Average in Seconds	Deviation from Average per cent
1	185.3	0	0.
2	184.0	1.3	.71
3	185.6	.3	.16
4	184.8	.5	.27
5	184.9	.4	.22
6	187.0	1.7	.91
Average	185.3	.70	.38

TABLE 2. *Test on A. P. I. Oil No. 210 (Temp. of Bat 25°) By A. S. T. M. Method of Test D—88—23 Modified*

Lab. No.	Corrected Time in seconds	Deviation from Average in Seconds	Deviation from Average Per cent
1	187.6	.7	.37
2	186.7	.2	.11
3	186.1	.8	.43
4	—	—	—
5	186.2	.7	.37
6	187.8	.9	.48
Average	186.9	.66	.38

TABLE III. *Tests Using Bureau of Standards Master Tube A—30. Same Method of Operation in Six Laboratories.*

Lab. No.	Viscosity; Oil No. 210	Viscosity Oil no. 200.
1	184.6	148.3
2	186.0	148.2
3	187.0	149.0
4	188.5	149.1
5	—	149.5
6	188.2	147.3
Average	186.8	148.5

UNTERSUCHUNGEN AN DAMPFTURBINEN-OELEN

von

H. STÄGER

Baden (Schweiz)

Das Oel unterliegt im Dampfturbinen-Schmiersystem den verschiedensten Beanspruchungen. Es müssen daher auch gewisse Anforderungen an jenes gestellt werden, wenn ein einwandfreier Betrieb gewährleistet werden soll. Die heute üblichen Prüfmethode befassen sich alle mit der Prüfung solcher Oele im Anlieferungszustand. Da aber im Laufe der Zeit gewisse chemische Veränderungen vorkommen, die auch die Schmiereigenschaften der Oele verändern, so ist eine Prüfung unter den erwähnten Bedingungen ungenügend. Die Versuche, über die hier berichtet werden soll, haben den Zweck, einen Beitrag zur Kenntnis der Alterungserscheinungen bei Dampfturbinenölen zu liefern.

Betrachten wir zuerst die Schmiereigenschaften. Währenddem die Theorie der flüssigen Reibung verhältnismässig gut entwickelt ist, sind die Vorgänge der Filmbildung während der halbflüssigen Reibungsperiode sehr schlecht bekannt. Die wichtigste Konstante eines Mineralöles im Gebiete der Flüssigkeitsreibung ist die Viskosität. Praktische Erfahrungen haben aber gezeigt, dass zur vollständigen Begutachtung eines Schmiermittels und vor allem zur Ermittlung des zur ordnungsmässigen Schmierung nötigen Schmiermittelminimums die Viskosität nicht genügt. Hilliger hat s. Zt. dafür mit seinen Versuchen über die Dampfmaschinen-schmierung einen einwandfreien Beweis erbracht. Er hat gezeigt, dass zur Erzielung einer ordnungsmässigen Schmierung ein bestimmtes minimales Oelquantum notwendig ist. Solange dieser Zustand nicht erreicht ist, entspricht jeder Oelmengung innerhalb bestimmter Grenzen ein bestimmter Wirkungsgrad. Aus seinen Beobachtungen folgert der Autor, dass vor allem die Adhäsionskräfte des Schmiermittels gegen die Unterlage für diese Erscheinung ausschlaggebend sind. Von Dallwitz Wegener konnte dann auch nachweisen, dass die von Hilliger verwendeten Oelen in ihren kapillaren Eigenschaften stark verschieden waren. Für die Wahl eines geeigneten Schmiermittels ist es also erforderlich, durch Messung der Kapillarkräfte Anhaltspunkte zu bekommen über die Adhäsion, die Ausbreitungsfähigkeit und damit über das Verhalten während der halbflüssigen Reibung. Die wichtigsten neuen Arbeiten über die kapillaren Eigenschaften von Flüssigkeitsfilmen

sind von Langmuir und Harkins und ihren Mitarbeitern durchgeführt worden. Zwei Stoffe können durch verschiedene Attraktionskräfte aufeinander einwirken, so hat s. Zt. Gurwitsch drei verschiedene Gruppen unterscheiden, nämlich physikalische, chemische und physiko-chemische Attraktionskräfte. Langmuir nimmt auf dieser Grundlage an, dass physikalische Kräfte für die Struktur der Materie nicht in Betracht kommen, die Gravitation z. B. ist zu gering, um das Zusammenhalten von Atomen und Molekülen zu beeinflussen. Negative und positive Elektrizität sind gewöhnlich so gleichförmig verteilt, dass der tatsächliche Wirkungsbereich der elektrischen Kräfte nur Atomdimensionen besitzt. Es sind also chemische Kräfte die die Struktur der Materie bedingen und zwar primäre und sekundäre Valenzkräfte. Langmuir hat nachgewiesen, dass solche vor allem von polaren Gruppen, die einen asymmetrischen Bau des Moleküles bedingen, ausgeübt werden. Es ist nach seiner Auffassung anzunehmen, dass die stärkst polaren Gruppen gegen den Absorber (beim Schmierfilm z. B. gegen das Metall) gerichtet sind. Solche Gruppen sind z. B. die Carboxyl- und gewisse ungesättigte Gruppen. Je höher molekular diese Stoffe sind, umso grösser sind die Attraktionskräfte. Für eine gute Adhäsion eines Schmiermittels ist daher als unerlässliche Voraussetzung das Vorhandensein polarer Gruppen, ungesättigte Natur und hohes Molekulargewicht zu verzeichnen. Auf dieser Tatsache beruhen z. B. die Patente, die den Schmiermitteln freie Fettsäuren zur Verbesserung der Benetzungskraft beimischen.

Nach Dunstan und Thole sollen die ungesättigten Moleküle eines Schmiermittels in eine physiko-chemische Verbindung mit der Metalloberfläche eintreten und eine Reibungs Oberfläche erzeugen, bestehend aus einem Gemisch von Oel und Metall.

Die Adhäsion eines Schmiermittels auf einer Metallfläche lässt sich auch energetisch verfolgen, wie das z. B. Bachmann und Brieger durch Bestimmung der sog. Benetzungswärme nachgewiesen haben. Auch in diesem Falle konnte die Bedeutung der polaren Gruppen einwandfrei nachgewiesen werden.

Evans hat Potentialdifferenzen zwischen geschmierten und nicht geschmierten Metallteilen gemessen, was möglicherweise auch einen Massstab für die Adhäsionsfähigkeit eines Schmiermittels ergeben könnte. Aehnliche Beobachtungen sind neuerdings von Hackford aus dem praktischen Betriebe mit Dieselmotoren mitgeteilt worden.

Um über die für die praktische Verwendung wichtige Schmierergiebigkeit Aufschluss zu bekommen, ist es vor allem wichtig, die kapillaren Eigenschaften der Oele genau zu kennen. Denn, wie wir bereits gesagt haben, ist ja von diesen vor allem das Schmiermittelminimum in hohem Masse abhängig. Der schädliche Reibungswiderstand geschmierter Lager hängt neben der Zähigkeit vor allem ab von der Benetzungskraft, wie aus der folgenden Formel von Dallwitz Wegener hervorgeht

$$W = \varphi \frac{\eta}{\varepsilon \beta}$$

η = Zähigkeit

β = Benetzungskraft gegen die geschmierte Metallsorte

φ = Konstante, die den Halbmesser der Welle, die relative Geschwindigkeit der durch das Schmiermittel getrennten aufeinander gleitenden Teile, die Lagerbelastung usw. enthält. Sie hat unter denselben Schmierumständen immer den gleichen Wert.

ε = Engster Zwischenraum zwischen den geschmierten, aufeinander gleitenden Teilen.

Die mit β bezeichnete Benetzungskraft ist bis jetzt bei fast allen Untersuchungen über Mineralschmieröle vernachlässigt worden. Duffing hat vorgeschlagen, diese Kraft durch den sog. Randwinkel zu messen. Der Randwinkel gibt die Grösse des Benetzungsdruckes an. Es ist dies der Druck unmittelbar in der Benetzungsschicht des Oeles gegen die Metallfläche und ist wiederum abhängig von der Grösse der molekularen Wirkungssphäre, von der Art der Oelmoleküle und dem Molekulargewicht. Zur Berechnung der molekularen Wirkungssphäre kann man ausgehen von der Oberflächenspannung. Es wird sich also über diese ein Weg finden lassen zur Bestimmung der Benetzungskraft und des Randwinkels. Die Ausbildung des Randwinkels ist aber nicht nur abhängig vom Oel, sondern auch von der metallischen Unterlage, was leider oft zu wenig berücksichtigt wird. Im allgemeinen kann man sagen, dass der Randwinkel um so kleiner, die Benetzungsverhältnisse also um so günstiger werden, je grösser der Kohäsionsdruck des Metalles ist. Bei Legierungen, wie sie z.B. für Lagerschalen verwendet werden, gilt dieser Satz in dieser einfachen Form allerdings nicht mehr. Als Lagermetalle haben wir für unsere Untersuchungen alle drei in Betracht kommenden Legierungsarten verwendet, sowohl Stahl und Gusseisen, dann Rotgüsse und Bronzelagermetalle und die eigentlichen Weissmetalle. Für die Struktur eines Lagermetalles muss eine ausgesprochene Heterogenität gefordert werden. Bei den Rotgusslegierungen sind die harten zinnreichen Partien eingelagert in die kupferreiche nachgiebige Grundmasse. Für den Gleitvorgang der Welle im Lager ergibt sich bei diesen folgende Auffassung: Die Welle lagert hauptsächlich auf den harten Einschlüssen. Wir haben also eine ausgesprochene Spitzenauflagerung. Beim Einlaufen entsteht als Folge des verschiedenen mechanischen Widerstandes der einzelnen Gefügebestandteile ein mikroskopisch feines Flachrelief. Das Oel verteilt sich netzartig über die ganze Lauffläche. Bei diesen Legierungen geschieht das Einlaufen des Lagers dadurch, dass die vorstehenden harten Bestandteile mit der Zeit abgeschliffen und damit die Gleithemmnisse beseitigt werden. Die Grundmasse gibt nicht nach. Je homogener das Gefüge bei Rotgusslagern ist, umso mehr besteht die Gefahr des Anfressens. Die Weissmetalle bestehen aus zinnreichen Antimonlegierungen, bei denen antimonreiche Zinnmischkristalle von kubischer Gestalt in einer weichen zinnreichen Grundmasse eingebettet sind. Das Einlaufen des Lagers verläuft in diesem Falle grundsätzlich verschieden von demjenigen bei Rotgusslegierungen, da in diesem Falle die weiche Grundmasse nachgibt und die Unebenheiten und Gleithemmnisse nicht durch Abschleifen sondern durch Eindringen in die weiche Grundmasse beseitigt werden.

Für unsere Versuche wurden die verschiedensten zur Turbinenschmierung empfohlenen Oele, 14 an der Zahl, der verschiedensten Lieferanten, verwendet. Um einen Vergleich mit der Praxis zu erhalten, untersuchten wir 12 Oele, die bei bekannten Betriebsbedingungen während mehreren Tausend Stunden gearbeitet haben. Die neuen Oele wurden im Laboratorium durch 1000 stündiges Erhitzen an der Luft bei 112°C . künstlich gealtert. Die durch diese Behandlung erhaltenen Reaktionsprodukte, die entstehen infolge einer Oxydation der Oele durch Luft-sauerstoff, sind vollständig identisch mit denjenigen, die im Betrieb entstehen. Sowohl mit den Oelen im Anlieferungszustand als auch nach der künstlichen Alterung wurden nun Randwinkelmessungen mit dem Apparat von Dallwitz Wegener durchgeführt. Dass die Viskosität mit den Adhäsionskräften nichts zu tun hat, konnte im Falle eines Weissöles sehr schön gezeigt werden. Dieses Oel hatte im Anlieferungszustand folgende Viskositätswerte: bei 20° $29,6^{\circ}\text{E}$; bei 50° $4,6^{\circ}\text{E}$; bei 70° $2,2^{\circ}\text{E}$. Nach künstlichem Altern bei den oben erwähnten Bedingungen hatten sich die Eigenschaften derartig verändert, dass jetzt folgende Viskositäten gemessen wurden: bei 26°C . 108°E ; bei 50°C $10,7^{\circ}\text{E}$; bei 70°C $4,0^{\circ}\text{E}$. wobei die Säurezahl von 0,12 auf 6,5 gestiegen war. Durch die Oxydation ist das Oel also wesentlich viskoser geworden. Der Randwinkel dagegen ist beträchtlich zurückgegangen und zwar von ca. 45° , auf ca. 28° . Schon an der Säurezahl ist ersichtlich, dass durch die künstliche Alterung im Oele Verbindungen mit polaren Gruppen entstanden sind. An der erhöhten Viskosität ist festzustellen, dass auch eine wesentliche Polymerisation also Vergrößerung des Molekulargewichtes stattgefunden hat. Wir haben aber oben bereits diese beiden Erscheinungen als für eine gute Benetzungskraft ausschlaggebend erkannt und finden es hier durch den Versuch einwandfrei bestätigt.

Es hat sich im weiteren gezeigt, dass ein wesentlicher Unterschied zwischen den verschiedenen Lagermetallen besteht, in Bezug auf die Attraktionskräfte. Es liessen sich in unseren Versuchen drei Gruppen scharf unterscheiden.

Erstens Stahl- und Gusseisen mit der schlechtesten, zweitens Rotguss und Bronze mit einer mittleren und drittens die Weissmetalle mit der besten Benetzungskraft. Für die letzteren ist noch zu erwähnen, dass auch in Legierungen, bei denen das Zinn durch Blei ersetzt ist, keine wesentliche Verschlechterung festgestellt werden kann. Bei der strukturellen Untersuchung zeigt sich aber auch, dass die Heterogenität im wesentlichen erhalten bleibt. Um den Einfluss gewisser Reaktionsprodukte noch etwas besser verfolgen zu können, wurden die Oele mit frisch geglühter Fullererde behandelt, wodurch der Grossteil der sauren Verbindungen und derjenigen von erdölharzähnlichem Charakter entfernt wurde. Die so behandelten Oele zeigten denn auch eine wesentlich schlechtere Benetzungskraft, in einigen Fällen gingen die Werte auf die ursprünglichen im Anlieferungszustand gemessenen zurück und bei andern wurden sie gar noch schlechter. Dass nicht nur diese Säuren als aktive oder polare Gruppen in Betracht zu ziehen sind, liess sich an verschiedenen Weissölen nachweisen, bei denen es im einen Fall gelungen war, die sauren Verbindungen zu entfernen ohne dass dadurch der Rand-

winkel stark zurückgegangen ist, im andern Fall waren die Säuren nur teilweise entfernt worden, der Randwinkel hatte sich aber wesentlich verkleinert. Für weitere Forschungen wird es ausserordentlich wichtig sein, festzustellen, welche Verbindungen den Randwinkel vor allem zu beeinflussen vermögen mit Ausnahme der in ihrer Wirkung bereits bekannten Fettsäuren.

Von wesentlicher Bedeutung ist auch noch die Feststellung, dass Naphten- und Paraffinöle sich in Bezug auf Schmiereigenschaften im Anlieferungszustand gleich verhalten. Eine Bevorzugung der einen Art von Oelen ist also absolut nicht gerechtfertigt. In Bezug auf die Oxydationsbeständigkeit besteht allerdings ein gewisser Unterschied zu Gunsten der Naphtenöle. Durch die bei der Alterung infolge von Oxydation entstehenden Reaktionsprodukte wird die Benetzungskraft und damit die Filmbildungsfähigkeit eines Schmieröles verbessert.

Während in der Beziehung eine Zersetzung des Schmieröles gewissermassen erwünscht wäre, ist es nicht der Fall in Bezug auf die Schaum- und Emulsionsbildung. Die Oxydation ist bei Dampfturbinenölen immer begünstigt dadurch, dass sich das Oel auf dem Wege reichlich mit Sauerstoff sättigen kann. Die Schaum- und Emulsionsbildung können für den Betrieb sehr unangenehme Folgen haben. Im ersten Fall durch Ueberschäumen des Oelreservoirs und damit grosser Oelverluste, im zweiten Falle durch ungenügende Filmbildungseigenschaften. Auf Grund der Annahme, dass die Schaumbildung und die Schaumbeständigkeit lediglich eine Funktion der Oberflächenspannung und Viskosität sei, wurde bis jetzt von verschiedenen Oelfachleuten der Standpunkt vertreten, dass dünnere Oele, die wohl gleiche Oberflächenspannung, aber niedrigere Viskosität besitzen, weniger zum Schäumen neigen. Die neuesten Untersuchungen über Schäume und Schaumbeständigkeit unter Berücksichtigung der Kapillarchemie haben aber zu wesentlich anderen Resultaten geführt.

Ostwald und Steiner haben gezeigt, dass die Oberflächenspannung für die Schaumbeständigkeit nicht massgebend sei; sie konnten auch zeigen, dass oberflächenaktive Stoffe unter Umständen schaumzerstörend wirken können. Auch die Viskosität ist nicht ausschlaggebend. Es konnte nachgewiesen werden, dass die schaubeständigsten Stoffe die kleinste Viskosität besitzen. Nach der Auffassung dieser Forscher soll vor allem die Strukturviskosität eine wichtige Rolle bei der Schaumbildung spielen sowie elektrostatische und elektrochemische Häutchenbildungen, und spontane Grenzflächenorientierung durch langgestreckte Moleküle. Bartsch hat nachgewiesen, dass oberflächenaktive Schaumbildner ihr Schaumbildungsvermögen verlieren, wenn eine gewisse charakteristische Konzentration überschritten wird. Zur Erklärung dieser Erscheinung, wurde ein heterogenes Prinzip angenommen: Ein Optimum der Schaumbildung tritt ein, wenn die Grenzflächenschicht eine max. Heterogenität aufweist, wenn also die Moleküle des Lösungsmittels und des gelösten Schaumbildners in gleicher Zahl in der Grenzschicht vorhanden sind. Je homogener die Grenzschicht in Bezug auf die Molekülart wird, umso mehr nimmt die Schaumbildung ab. Von grundlegender Bedeutung nach dieser Auffassung ist die Tatsache, dass für das Zustandekommen

eines Schaumes eine Grenzflächenschicht vorhanden sein muss, die wesentlich von derjenigen der Lösung verschieden ist, wobei es ganz einerlei ist, ob durch diese die Oberflächenspannung erhöht oder erniedrigt ist.

Durch die bei der Alterung der Dampfturbinenölen entstehenden Produkte können aber solche heterogene Grenzschichten entstehen. Daraus geht hervor, dass auch in diesem Falle eine Prüfung im Anlieferungszustand über die Schaumbildungsfähigkeit eines Dampfturbinenöles gar nichts ausgesagt wird, und dass je nach der Reaktionsfähigkeit, bzw. Unbeständigkeit eines Oeles gegen Luftsauerstoff auch dünnflüssige Oele sehr beständige Schäume ergeben können. Die für die Schmiereigenschaften günstigen Zersetzungsprodukte sind also in der Beziehung sehr unerwünscht.

Infolge der Veränderung, die ein Oel durch den suspendierten Sauerstoff und die höhere Temperatur im Lager erleidet, können sich sehr nachteilige Emulsionen bilden in Berührung mit Dampf oder Sickerwasser. Es sind dies Gemische zweier sich gegenseitig nicht oder nicht vollständig lösender flüssiger Phasen, in welchen die eine die andere in fein verteiltem Zustande in Form von unzähligen mikroskopisch kleinen Teilchen suspendiert enthält. Schäume dagegen sind zwei- oder mehrphasige disperse Systeme, bei denen das Dispersionsmittel flüssig, die disperse Phase gasförmig ist.

Die Emulsionsbeständigkeit soll sehr gering sein, damit die Oele im Betrieb sich möglichst rasch vom Wasser trennen, obschon Duckham und Bowery angeben, dass Emulsionen mit einem Wassergehalt von 15—20% noch nicht gefährlich sind für den Schmiervorgang. Je nachdem, welcher Bestandteil eines Gemisches die disperse Phase ist, haben wir zu unterscheiden zwischen Wasser in Oel und Oel in Wasser Emulsionen. Der Emulsionsvorgang ist von den verschiedensten Forschern eingehend studiert worden, trotzdem ist man heute noch zu keiner einwandfreien Theorie gekommen. Als feststehend kann man jedoch sagen, dass die Oberflächenspannung kein Kriterium für die Ausbildung von Emulsionen ist. Die Vorschläge von gewissen Oelforschern wie Philipp, Dellbridge, Conradson und Dimmig durch Messung der Oberflächenspannung Dampfturbinenöle als brauchbar oder unbrauchbar zu erklären, ist vollständig verfehlt, umsomehr als je nach den Bedingungen eben das eine oder andere System entstehen kann, und wir es dementsprechend nicht mit einer eindeutig verlaufenden Erscheinung, sondern mit einem Gleichgewicht zu tun haben. Dieses ist nach den Untersuchungen von Clowes abhängig von dem relativen Verhältnis der positiven und negativen Ionen, die von der stabilisierenden Schutzhülle des dispergierten Teilchens adsorbiert werden. Bei Mineralölen soll unter Umständen kein kritisches Mengenverhältnis vorhanden sein; in diesen Fällen tritt eine Art Pseudogleichgewicht auf, bei dem die beiden Emulsionsarten nebeneinander bestehen können. Gurwitsch glaubt, dass die Seifenbildung infolge eines geringen Naphtensäuregehaltes für die Emulsionsbildung von Bedeutung sei. Um den Anschluss an diese Arbeiten zu bekommen, haben wir die ganze Reihe der zur Verfügung stehenden Oele auf ihre Oberflächenspannungen gegen die verschiedensten Lösungen sowohl Säuren

als Alkalien als neutrale Salzlösungen und reines Wasser untersucht. Je nach der Grösse der Oberflächenspannungen können die in Abb. 1 dargestellten drei Fälle der Tropfenbildung auftreten. Bei genügender Oberflächenspannung indet eine gute Tropfenausbildung statt, nimmt die Oberflächenspannung ab, so wird die Tropfenbildung immer schlechter bis schliesslich derartig niedrige Werte auftreten können, die die Tropfenbildung verunmöglichen. Bei der Besprechung der Schaumbeständigkeit haben wir schon mitgeteilt, dass durch die oxydative Zersetzung oberflächenaktive Reaktionsprodukte entstehen können, die zur Heterogenität der Grenzschichten führen. Diese können eine der Langmuir'

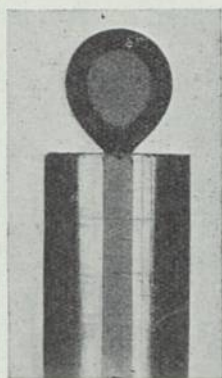


ABB. 1a

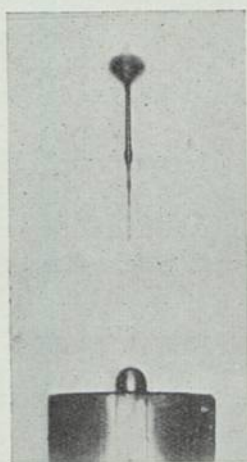


ABB. 1b

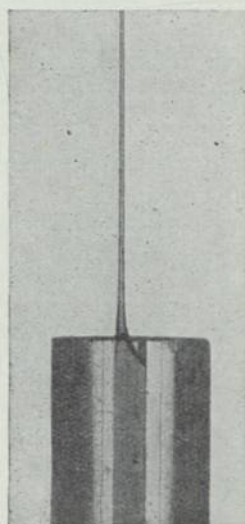


ABB. 1c

schen Theorie entsprechende Struktur besitzen. Auf Grund unserer ausgedehnten Untersuchungen kamen wir zu folgendem Resultat: Die Oberflächenspannung wird nicht nur infolge von Seifenbildung reduziert, sondern diese Erscheinung hat ihre Ursache vielmehr in der Ausbildung von Reaktionsprodukten mit polaren Gruppen im Sinne der Langmuir'schen Theorie. Diese, die Oberflächenspannung beeinflussenden Zersetzungsprodukte bilden sich im Laufe der Zeit und verändern damit auch die Oberflächenspannung. Eine Prüfung von Turbinenölen im Anlieferungszustand hat immer ein befriedigendes Resultat ergeben, währenddem jedoch schon nach mehr oder weniger kurzen Betriebszeiten wesentliche Reduktionen in den Werten für die Oberflächenspannung bei verhältnismässig geringen messbaren oxydativen Veränderungen festgestellt werden konnten. Gegen Kochsalzlösungen, eine Vorschrift die von gewissen Marinebehörden immer noch gemacht wird, konnten keine Abnahmen in den Oberflächenspannungswerten festgestellt werden. Im Gegenteil, es scheint eher, dass durch Neutralsalzlösungen ausflockende Wirkungen ausgeübt werden. Sehr gefährlich sind dagegen alkalische Lösungen.

Im Laboratorium haben wir künstlich Emulsionen mit den uns zur Verfügung stehenden Oelen hergestellt, und zwar sowohl mit denjenigen im Anlieferungszustand, im künstlich gealterten Zustande und mit denjenigen die längere Zeit im Betrieb gewesen sind. Wir konnten feststellen, dass für die Emulsionsbildung die eben erwähnte Oberflächenspannung kein ausschlaggebendes Kriterium ist, was unter Berücksichtigung der oben erwähnten Untersuchungen von Clowes betr. der Gleichgewichte und der Ionenadsorption auch erklärlich ist. Auch in diesem Falle spielt die Ausbildung der Grenzflächenschicht und die Struktur, d. h. Formation der polaren Gruppen, die Hauptrolle. Um Emulsionen auseinanderzuhalten, haben wir diese nach der von Clayton vorgeschlagenen Leitfähigkeitsmethode durchgemessen, und konnten dabei feststellen, dass in allen Fällen gegen Wasser sog. Wasserölemulsionen gegen Sodalösung dagegen solche vom umgekehrten Typus entstehen. Währenddem die erstgenannten durch Anlegung einer elektrischen Spannung infolge der durch die Wassertropfen verursachten Kondensatorwirkung leicht zerstört werden konnten, waren die Oele in Wasseremulsionen ausserordentlich beständig.

Die bereits erwähnten Untersuchungen von Clowes haben ergeben, dass bei gewissen Mineralölen unter Umständen kein Gleichgewicht in der Emulsion entsteht, sondern dass eine Erscheinung auftritt, die von diesem Forscher als Pseudogleichgewicht bezeichnet worden ist. Solche Erscheinungen konnten wir bei den von uns hergestellten Emulsionen feststellen mit Hilfe der Leitfähigkeitsmethode, indem wir die Messungen unten in den Emulsionen, d. h. also gegen die Sodalösung dann in der Mitte und oben gegen die Oelphase gemessen haben. Dabei konnten wir feststellen, dass sich die Leitfähigkeitswerte innerhalb der Emulsion stark ändern, und zwar in dem Sinne, dass sie gegen die Oelphase kleiner werden. Die Messungen wurden bei verschiedenen Temperaturen ausgeführt. Wir konnten in der Mehrzahl der Fälle beobachten, dass die Leitfähigkeit sich praktisch nicht ändert bei einer Temperaturschwankung in den Grenzen zwischen ca 85 und 20° C.

Um den Verlauf der Emulsionsbildung graphisch zu erfassen, sind wir folgendermassen vorgegangen:

Auf Logarithmenpapier wurde in Funktion der Zeit die Entmischung des Systemes aufgetragen. Die Trennungslinie Null bedeutet den Stand der beiden Flüssigkeitsphasen vor dem Beginne des Versuches. Das Gebiet oberhalb derselben stellt die Oelphase und unterhalb die Wasser- bzw. Lösungsphase dar. Die mit I bezeichneten Kurven zeigen das Verhalten der Oele im Anlieferungszustand, II dasjenige nach dem Altern. Die ausgezogenen Linienzüge sind die Messungen gegen Wasser und die strichpunktierten diejenigen gegen Soda. Wir haben schon einmal darauf hingewiesen, dass die Säurezahl als Mass für die Zersetzung der Oele durch Oxydation nicht genügend ist, und auch nicht im Zusammenhang steht mit der Reduktion der Oberflächenspannung. Die gleichen Beobachtungen lassen sich auch bei der Emulsionsbildung wiederum bestätigen. Aus den Kurven 2, 3, 4 ergibt sich noch eine weitere interessante Tatsache. Reines Wasser kann in gewissen Fällen auch Emulsionen verursachen, wie das z.B. aus Abb. 3 hervorgeht, in der das

Verhalten des Oeles I dargestellt ist; währenddem sich dieses Oel im Anlieferungszustand gegen Wasser einwandfrei verhält, bildet es in gealtertem Zustande eine verhältnismässig beständige Emulsion in grossen Mengen. In Abb. 2 haben wir einen weitem interessanten Fall festgehalten. Gegen Sodalösung findet eine vollständige Trennung der beiden Phasen und keine Spur von Emulsionsbildung

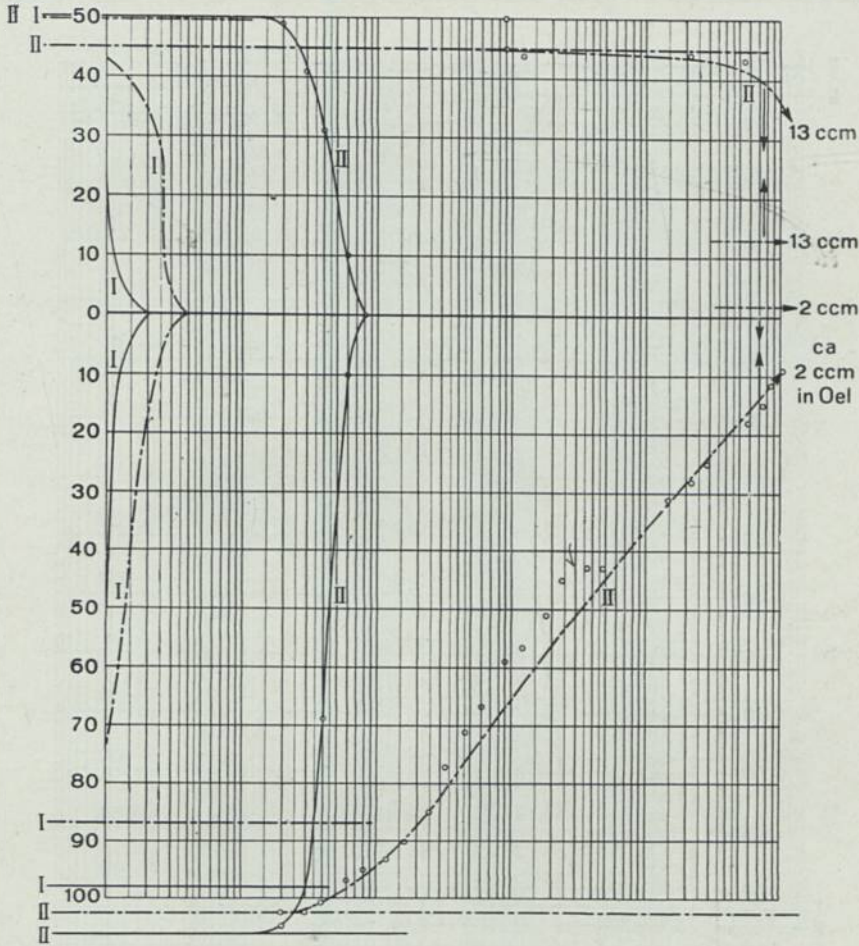


ABB. 2

statt, gegen Wasser dagegen entsteht ein beständiges Gemisch, obwohl die Oberflächenspannung gegen Wasser beträchtlich grösser ist als gegen Sodalösung. Im Gegensatz dazu stellt sich das Beispiel in Abb. 4. Es handelt sich in diesem Falle um ein ausgesprochenes Weissöl mit Naphtenbasis, bei dessen Oxydation hauptsächlich saure Reaktionsprodukte entstehen. Trotz der niedrigen Oberflächenspannung gegen Wasser findet die Trennung sehr rasch statt. Mit Sodalösung dagegen entsteht eine sehr beständige Emulsion in grosser Menge.

Für den praktischen Betrieb ergeben sich aus diesen Mitteilungen folgende Erkenntnisse: Alle Mineralöle, die zur Schmierung von Dampfturbinen verwendet werden, zersetzen sich infolge von Oxydation durch mitgerissenen Luftsauerstoff und höhere Temperatur. Die so entstehenden Reaktionsprodukte enthalten polare Gruppen, sind oberflächenaktiv und ermöglichen damit die Bildung heterogener Grenzschichten, die als Ursache der Schaumbildung in Betracht kommen.

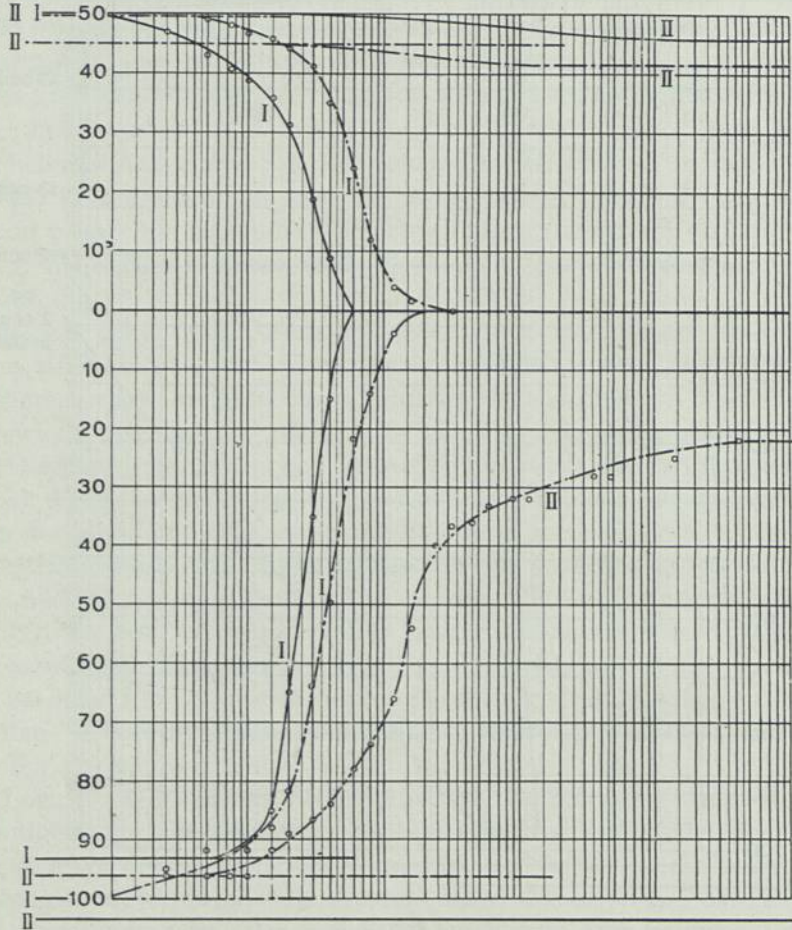


ABB. 3

Oberflächenspannung und Viskosität sind kein Kriterium für die Schaumbeständigkeit. Die Reduktion der Grenzflächenkräfte durch Messung der Oberflächenspannung ist kein einwandfreier Massstab für die Emulgierung solcher Oele in Berührung mit Dampf oder Kondenswasser. Die letztgenannte Erscheinung ist keine reine Seifenbildung, sondern hängt zusammen mit der Oberflächenaktivität der

Reaktionsprodukte, bei der auch die Grösse der entstandenen Moleküle eine gewisse Rolle spielt. Bei grossen Molekülen treten Attraktionskräfte untereinander auf, sodass die freie Energie der Grenzflächenschicht verkleinert wird. Im Betriebe können also Emulsionen ohne Vorhandensein von Fremdstoffen, die als Emulgatoren wirken, auftreten. Wir haben ja gesehen, dass Wasser in Oelemulsionen auch mit destilliertem Wasser sich bilden können, allerdings weist dieser Typus keine

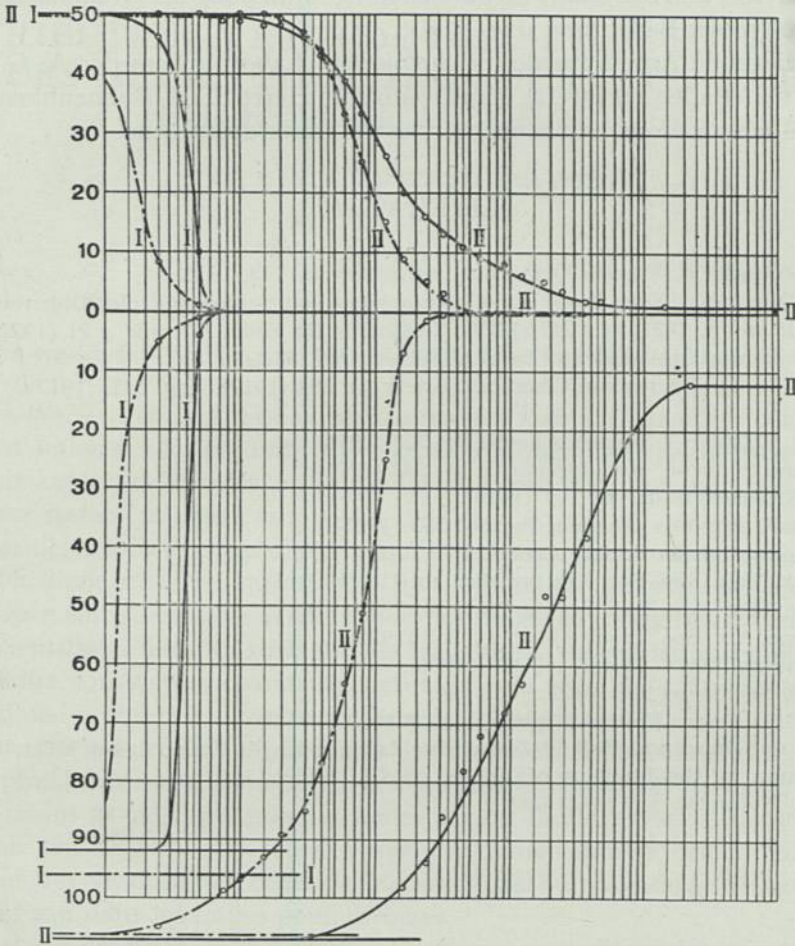


ABB. 4

grosse Beständigkeit auf. Dünnere Oele bilden gegenüber dickeren in Bezug auf Schaumbeständigkeit und Emulgierfähigkeit prinzipiell keinen Vorteil. Auch ist kein Unterschied zwischen Paraffin- und Naphtenölen bei sachgemässer Behandlung festzustellen. Es kommt eben vielmehr darauf an, dass die Rohöle für bestimmte Zwecke vorsichtig ausgewählt werden und die Raffination dem späteren Verwendungszwecke Rechnung trägt. Alle Prüfmethode, die sich nur mit den

Oelen im Anlieferungszustand befassen, sind für den Praktiker wertlos, da es ihm vor allem darauf ankommt zu wissen, wie wird sich ein Oel nach einer bestimmten Betriebsperiode verhalten. Eine einseitige Bestimmung der sauren Reaktionsprodukte als Massstab für die Oxydationsbeständigkeit hat keinen Wert, da Verschiedene andere Oxydationsprodukte für die Aenderung der Schmiereigenschaften für die Schaumbeständigkeit und für die Emulgierung je nach ihrer Oberflächenaktivität und der damit verbundenen Beeinflussung der Grenzflächenkräfte von ebenso grosser Bedeutung sind.

Die vorliegende Arbeit wurde im chemischen Laboratorium der A. G. Brown Boveri & Cie. Baden (Schweiz) gemeinsam mit Herrn I. P. Bohnenblust ausgeführt, dem ich an dieser Stelle meinen besten Dank ausspreche.

LITERATUR

- HILLIGER, Zeitschr. d. Vereins Deutscher Ingenieure 62, 173, 1918.
 DALLWITZ WEGENER, Neue Wege zur Untersuchung von Schmiermitteln, Oldenburg 1919.
 — Petroleum 17, 1921, 19 1247 (1923), Zeitschrift für techn. Physik, 3 21 (1922).
 LANGMUIR, Journal of American Chemical Society 39, 1848 (1917).
 HARKINS, Journal of American Chemical Society 34, 354 (1917). ;39, 541, (1917)0; 34, 2665 (1922).
 GURWITSCH, Zeitschr. f. Physik. Chemie 87, 323 (1914).
 OSTWALD und STEINER, Kolloidzeitschr. 36, 342 (1925).
 BARTSCH, Kolloidzeitschr. 38, 177 (1926).
 DUCKHAM und BOWERY, Engineering 66, 353 (1923).
 PHILIPP, Journal of the Society Chemical Industry 34, 697, (1915).
 DELLBRIDGE, Proc. Am. Soc. Testing Mat. 20, 416 (1920).
 CONRADSON, Proc. Am. Soc. Testing Mat. 16, 273 (1916).
 DIMMIG, Proc. Am. Soc. Testing Mat. 23, 363 (1923).
 CLOWES, Journal Phys. Chem. 20, 407 (1916).
 GURWITSCH, Petroleum 18, (1922).
 CLAYTON, Brit. Assoc. Kolloid-Reports 2, 1235 (1920).
 BACHMANN und BRIGGER, Kolloid-Zeitschrift, Zsigmondy Jübelband 112 (1925).
 EVANS, Journal of the Institute of Metals, 33, 27 (1925).
 HACKFORD, Motorship 7, 144, (1926).
-

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES HUILES POUR TURBINES, DES HUILES POUR TRANSFORMATEURS ET DES HUILES POUR AUTOMOBILES

ESSAI SÉLECTIF RAPIDE

par

A. R. MATTHIS

Ingénieur Chef de Service aux Ateliers de Constructions Électriques de Charleroi

Généralités. — Pendant de nombreuses années l'air fut considéré comme n'ayant pas d'action sur les produits provenant de la distillation du pétrole. Plus tard on admit cette action mais en la signalant cependant, comme étant si faible, qu'elle en restait négligeable.

Ces dernières années cependant de nombreuses études faites sur cette question ont établi d'une manière indiscutable, la présence des phénomènes d'oxydation aux températures normales d'utilisation des huiles de catégories diverses: huiles minérales utilisées dans les turbines, les transformateurs et les automobiles.

Les huiles considérées comme appartenant à la série des „paraffines” bénéficièrent d'une réputation exagérée d'„inertie” chimique.

Au fur et à mesure de l'avancement de l'étude des huiles minérales on voit de plus en plus la nécessité, dans les diverses utilisations envisagées, de vérifier cette plus ou moins grande aptitude des huiles à fixer de l'oxygène et de nombreuses recherches ont déjà été effectuées en vue d'exprimer numériquement ces valeurs.

Ce sont des produits d'oxydation qui empêchent l'huile de se séparer rapidement de l'eau dans les huiles pour turbines.

Ce sont ces produits qui apparaissent sur les enroulements des transformateurs provoquant des accidents à cause de leur mauvaise conductibilité thermique.

Ce sont eux également qui seront rencontrés dans les cylindres des moteurs à combustion interne nécessitant des décalaminages et des revisions toujours onéreux, augmentant la dépense au kilomètre-année.

On conçoit immédiatement l'importance de la résistance d'une huile à l'oxydation. Celle-ci dépend essentiellement de sa composition chimique mais surtout de sa constitution moléculaire.

Pour cette raison, il sera permis de rencontrer des produits d'origines différentes donnant satisfaction aux essais sous leur état initial mais qui, en service, se comporteront différemment après des temps plus ou moins longs à cause précisément de leur constitution chimique dissemblable.

L'essai dont il sera question plus loin semble permettre une judicieuse sélection des trois catégories d'huiles considérées.

1. *Huiles pour Turbines.* — L'huile pour turbines est toujours en mouvement. Elle est généralement séparée de la vapeur par un dispositif à labyrinthe amortissant la pression de façon à l'amener à presque zéro à la sortie. Mais la vapeur se mélange toujours à l'huile et c'est ici que l'on en trouve la cause la plus fréquente.

Il y a lieu de rechercher comme huiles pour turbines les huiles absorbant le moins possible d'humidité, présentant donc le coefficient d'hygroscopicité le moins élevé.

Une telle huile doit se décanter rapidement et conserver pratiquement pendant des temps relativement longs ses propriétés initiales.

Lorsque des dépôts jaunâtres sont constatés dans les bacs ou s'il y a production de floconnements, nous signalerons en passant la nécessité des études particulières de chaque cas en recommandant l'examen de la qualité des eaux.

Les diverses constructions de turbines exigent généralement des huiles à caractéristiques physiques bien déterminées. Nous n'envisagerons pas ici la question de ces caractéristiques, mentionnant simplement qu'une huile pour turbines sera :

- 1) bien raffinée,
- 2) de nature minérale,
- 3) exempte d'huiles grasses,
- 4) faiblement volatile à 80°,
- 5) non inflammable en dessous de 170° C (point d'inflammabilité Pensky supérieur à 170°).
- 6) exempte d'acidité ou d'alcalinité.
- 7) non émulsionnable par agitation avec de l'eau.

Concernant l'essai d'émulsion de nombreux modes opératoires ont été préconisés.

Nous avons mis au point il y a quelques années un essai de ce genre permettant de se rendre compte rapidement, avec possibilité d'exprimer numériquement les résultats obtenus, la façon dont se comportera une huile pour turbines en service. L'huile n'étant pas simplement agitée avec de l'eau froide ou chaude, mais placée en contact avec de la vapeur.

Les résultats obtenus sont concordants, paraissant avoir une réelle signification pratique. Ils ont permis de conclure que l'émulsivité d'une huile avec la vapeur sera d'autant moindre qu'elle aura été convenablement raffinée.

Un bon raffinage est caractérisé par la présence exclusive ou presque exclusive dans l'huile d'hydrocarbures saturés quelle que soit la série à laquelle ils appartiennent.

En plus de l'essai sélectif rapide, qui sera donné plus loin, il semble recommandable d'effectuer également sur les huiles pour turbines l'essai de volatilité car, de même que pour les autres catégories d'huiles envisagées ici, il se produit en même temps que des phénomènes d'ordre chimique (polymérisation et oxydation), des évaporations contribuant également à augmenter la viscosité. Le facteur viscosité, on le sait, a une grande importance dans la séparation des constituants du mélange d'eau et d'huile. A qualité égale les particules d'eau resteront emprisonnées pendant des temps plus longs dans une huile visqueuse que dans une huile fluide.

Les qualités prédominantes à rechercher dans les huiles pour turbines seront: la non émulsivité et sa volatilité, toutes deux directement proportionnelles à la *stabilité*.

Des huiles qui à l'*essai de stabilité* mentionné dans la suite ¹⁾ ont donné des résultats satisfaisants, se sont montrées en pratique les moins susceptibles aux altérations d'ordres physique et chimique tout en donnant satisfaction au point de vue émulsion.

En plus des essais de stabilité et de volatilité, il paraît recommandable de les compléter par un essai de détermination de l'acidité organique effectuée sur l'éprouvette ayant été soumise à l'essai de stabilité.

2) *Huiles pour Transformateurs*. — Les causes de formation de dépôt dans les huiles semblent pouvoir se résumer de la façon suivante:

1) la fixation d'oxygène due en plus grande partie à l'action de l'air sur l'huile et l'élévation de la température.

2. durée de l'action de cette température.

3. la polymérisation.

Il est cependant permis de conclure en se basant sur les plus récentes recherches que toutes les modifications pouvant se rencontrer dans les huiles pour transformateurs en service se rapportent à un seul phénomène résultant de l'oxydation. Sans air pas d'oxydation, partant pas de dépôt.

On connaît l'expérience classique consistant à chauffer l'huile dans un tube scellé et dans lequel on a fait le vide, jusqu'à des températures de 230/240° C voire même à des températures supérieures sans qu'aucune altération semble se produire.

Par contre il est admis et reconnu, ainsi que d'ailleurs le montreront les diagrammes qui seront donnés plus loin que des huiles pour transformateurs, même les mieux raffinées et les plus favorables par leur origine et leur constitution, forment des dépôts à des températures beaucoup moins élevées et après des temps qui seront évidemment d'autant plus longs que la température sera moins élevée.

La présence de catalyseurs, d'agents siccatifs tels que les acétates, borates et résinates de cobalt, de manganèse et de plomb, activent plus ou moins fortement

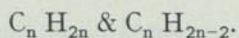
¹⁾ Voir paragraphe: Huiles pour transformateurs, Condition essai de stabilité.

cette fixation d'oxygène mais n'agissent pas comme facteurs favorables à la formation de dépôt si l'oxygène ou l'air était parfaitement éliminé du milieu.

Cette constatation est intéressante au point de vue constructif, elle indique la nécessité du contrôle chimique approfondi des matières premières entrant dans la construction des transformateurs, contrôle permettant une sélection rigoureuse de ces produits.

La constitution chimique de l'huile, c'est à dire également son origine, interviendra fortement comme dit ci-dessus dans la faculté d'une huile de ne pas former ou de former des dépôts en service ou lorsqu'elle sera essayée dans des conditions déterminées.

On le sait, et cela a été dit suffisamment pour qu'il nous soit permis de ne plus nous y attarder, les éléments favorisant la formation de dépôt sont principalement les hydrocarbures non saturés de la série aliphatique, donc à chaîne ouverte et de formule générique:



Les hydrocarbures éliminables par le raffinage et que l'on peut désigner également comme attaquables par les réactifs chimiques sont les hydrocarbures non saturés; ils fixeront de l'oxygène, se polymériseront parfois après s'être scindés et arriveront ainsi à produire les dépôts dans l'huile pour transformateurs chauffée ou en service.

Les dépôts sont donc essentiellement constitués de produits d'oxydation. Certains sont solubles dans l'huile chaude tandis que d'autres insolubles se déposent sur les bobinages ou les parois du bac du transformateur.

Ils sont, ainsi que l'on sait également, à cause de leur mauvaise conductibilité thermique, nuisibles à la dispersion des calories dans le transformateur en charge.

On conçoit dès lors qu'ils s'opposent au fur et à mesure de leur production, de plus en plus, au refroidissement des enroulements sous tension ce qui diminue l'isolement et augmente les possibilités d'amorçages d'arcs, de courts-circuits, de claquage du transformateur, de carbonisation de l'huile.

Les huiles pour transformateurs prennent au point de vue industriel une importance de plus en plus grande et les techniciens spécialistes se sont trouvés d'accords pour considérer comme critérium de la qualité de telles huiles leur résistance à l'action de l'oxygène exprimée par les résultats d'un essai approprié de vieillissement pouvant également être appelé „essai de stabilité”.

Nous donnerons ci-dessous les conditions de l'essai sélectif rapide proposé:

L'huile est chauffée à 170° C pendant 5 heures. Nous avons démontré ailleurs ¹⁾ l'importance des divers facteurs intervenant dans cet essai entre autres le rapport

$\frac{S}{V}$ c'est à dire surface exposée à l'air au volume.

¹⁾ Voir: Deuxièmes notes sur les huiles pour transformateurs. 1926 Dunod, Paris.

Nous utilisons généralement un récipient en *verre* de 50 millimètres de diamètre, 37 millimètres de hauteur et un volume d'huile de 40 centimètres cubes.

On remarquera qu'il suffira d'observer une hauteur d'huile de 2 centimètres quel-
 les que soient les dimensions du récipient employé pour avoir le rapport $\frac{S}{V}$ constant
 c'est à dire $\frac{1}{2}$

$$S = \frac{\pi D^2}{4}$$

$$V = \frac{\pi D^2}{4} \times h$$

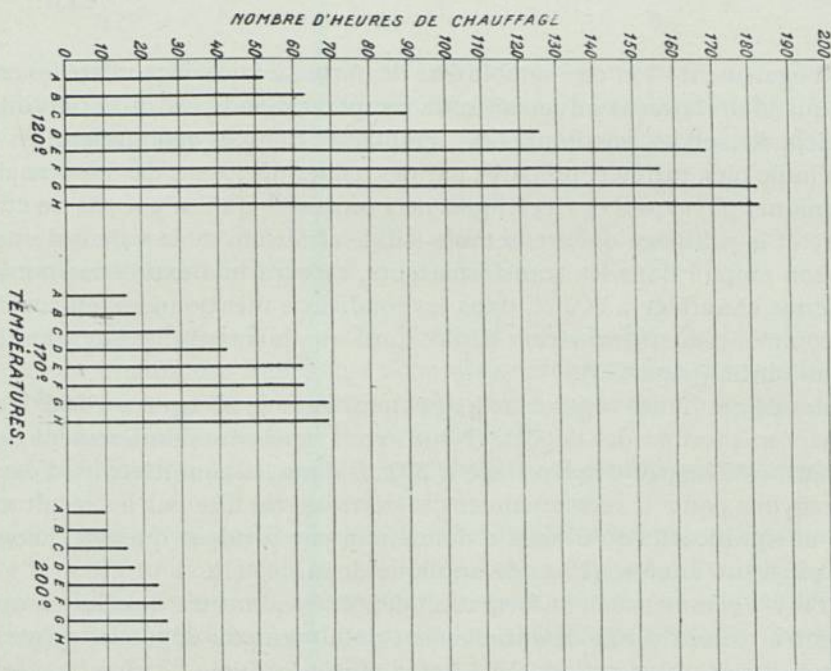
$$\frac{S}{V} = \frac{\frac{\pi D^2}{4}}{\frac{\pi D^2}{4} \times h} = \frac{1}{h} = \frac{1}{2}$$

Après ce temps de chauffage aucun dépôt ne doit s'être formé.

Cet essai a l'avantage d'être très rapide, de ne pas nécessiter d'appareils compliqués ou encombrants ni de compétence spéciale de la part de l'essayeur.

La sélection faite par ce premier chauffage est utilement complétée par un chauffage de 10 heures à 200° C ou de x heures à 200° C jusqu'à cfd. (commencement formation dépôt).

Parmi les milliers d'échantillons qu'il nous a été donné d'essayer, il a été constaté aux A. C. E. C. qu'une huile bien raffinée ayant donné satisfaction en ser-



vice pendant de nombreuses années dans des conditions parfois très dures donnaient non seulement satisfaction à l'essai de 5 heures à 170° C mais également à l'essai de 10 heures à 200° C.

On constatera dans le diagramme donné plus loin la résistance de certaines huiles à 200° C pendant un chauffage atteignant 25 heures et plus.

Tous les autres essais d'ordre chimique ont permis de conclure que l'on se trouvait en présence des huiles les mieux raffinées de tous les échantillons soumis.

Ces degrés de raffinage peuvent évidemment impliquer une origine et une constitution chimique favorables de même que l'emploi de fractions de distillation spécialement sélectionnées.

Il nous a été donné de suivre par ce simple essai les améliorations apportées dans les raffinages d'huiles. Nous pourrions citer entre autres les résultats obtenus sur deux huiles, la deuxième provenant d'un raffinage plus poussé.

	Première huile	Deuxième huile.
Pertes par évaporation 3 heures à 170° C	1,42 %	0,96 %
Essai de stabilité 10 heures à 200° C	devenue noire c.f.d	devenue rouge foncé pas de dépôt
19 heures à 200° C	—	devenue plus foncée c.f.d.

On voit également — et ceci semble être de nature à faire disparaître les craintes de ceux qui se déclaraient adversaires de températures de cet ordre, craintes basées disaient-ils sur les possibilités de „cracking” dont ils redoutaient les effets, avec de l'huile bien raffinée, préparée par des usines disposant des moyens de contrôle chimique, physiques et électriques nécessaires — qu'il n'y a pas de cracking à craindre et le raffinage qui est, semble-t-il, le critérium de la valeur d'une huile quant à son emploi dans les transformateurs, recevra une expression numérique par ce simple chauffage à 200° C dans les conditions mentionnées, en continuant jusqu'à commencement formation dépôt, ainsi que le montre le diagramme de la figure 1 ci-jointe. (page 473).

Certaines de ces huiles résistaient à des chauffages de 25 heures à 200° C avant de commencer à former des dépôts. (Nous avons rencontré dernièrement des huiles résistant à 45 heures de chauffage à 200° C dans les conditions de l'essai).

Nous croyons pouvoir recommander cet essai de stabilité par les résultats concordants et significatifs qu'il nous a donné non pas pendant quelques mois mais pendant plusieurs années. (Procédé appliqué depuis 1911).

Dès qu'il y a commencement formation dépôt les quantités de celui-ci croissent rapidement à cause du rôle essentiellement catalyseur du dépôt lui-même. Pour cette raison il reste plus rationnel de noter plutôt la durée de chauffage au mo-

ment de c.f.d. (Commencement Formation Dépôt) que de déterminer la quantité de dépôt. après un temps de chauffage fixé.

Le c.f.d. est considéré lorsque le dépôt formé est de l'ordre de 0,001 %.

L'observateur ayant une certaine expérience arrive aisément à noter ce moment sans devoir recourir à la pesée.

Les résultats trouvés dans un même laboratoire par un même opérateur, dans un même laboratoire par des opérateurs différents, dans des laboratoires différents, ont prouvé l'exactitude de cette remarque par leur concordance.

Le tableau ci-dessous montre sur une huile quelconque l'influence du rapport de $\frac{S}{V}$ sur les résultats d'essai.

TABLEAU. Influence du rapport $\frac{S}{V}$ sur une même huile.

Température de chauffage	Rapport $\frac{S}{V}$	Durée de chauffage avant c. f. d. (0,001 % de dépôt.)
170°	1 à 9.26	après 42½ heures
170°	1 „ 5.	„ 23 „
170°	1 „ 2	„ 15½ „
170°	1 „ 1,5	„ 11 „
170°	1 „ 1	„ 9½ „
170°	1 „ 0.5	„ 8 „

L'essai rapide mentionné paraît suffisamment approprié à une classification qualitative des huiles pour transformateurs quant à leur oxydabilité, correspondante d'ailleurs à leur degré de raffinage c'est à dire à leur *stabilité* dans l'usage électrique envisagé.

L'essai de détermination de l'acidité après chauffage jusque c.f.d. complétera utilement l'essai de stabilité.

3) *Huiles pour Automobiles.* — Au point de vue général, de question de l'évaluation de la qualité des huiles que nous désignerons sous le nom „d'huiles pour automobiles” bien qu'elles doivent s'appliquer au graissage de tous les moteurs à essence, est sans nul doute d'une importance réelle.

D'une lubrification aussi parfaite que possible, dépendra généralement pour le moteur: son bon fonctionnement et la durée de celui-ci.

Les propriétés physiques des huiles pour automobiles différeront évidemment suivant le type du moteur, mais la qualité de base concernant l'entretien rationnel des organes en contact par le mouvement, restera la même, se rapportant à la conservation pendant des temps de service les plus longs possibles des propriétés initiales.

Nous ne reprendrons pas ici les caractéristiques physiques diverses rencontrées dans les huiles pour moteurs d'automobiles, pour moteurs de motocyclettes ou pour moteurs d'avions. *

L'usager sait qu'il existe des „huiles d'été” et des „huiles d'hiver” appropriées aux particularités de chaque construction, ayant des propriétés physiques dépendant des alésages, de la longueur de course des pistons, du nombre de segments, de la forte ou faible compression, de l'usure plus ou moins marquée des paliers, du climat, du système de lubrification, etc.

Bien que l'on ait considéré pendant des années la nécessité absolue de mélanger aux huiles minérales des huiles appelées huiles fixes, nous estimons que les huiles pour automobiles doivent être constituées essentiellement d'huiles minérales et de ce fait cette catégorie rentre parmi les huiles susceptibles d'être sélectionnées par l'essai dont il a été question. Pour ces huiles, comme pour les deux autres grandes catégories d'huiles examinées précédemment, l'essai de stabilité a prouvé être un essai sélectif intéressant à considérer.

De la stabilité de l'huile dépendra, en effet, une faculté moindre de former des dépôts dans les moteurs. Ces dépôts charbonneux et d'aspect variable sont la cause d'élévation de température par suite du glissement retardé, de frottements excessifs entraînant une usure plus grande, provoquant des rayures dans les cylindres, les pistons et amenant entre autres la destruction des coussinets des paliers.

Nous donnerons dans le tableau ci-dessous les résultats de quelques huiles.

No. E	Couleur.	Densité à 15° C.	Humidité Alcalinité Acidité	Viscosité Engler		Point inflam- mabilité Pensky.	Chauffage	
				20°	50°		5 heures à 170° C.	10 heures 200° C.
							dépôt ¹⁾	
16.473	Rouge foncé	0,940	néant	56.7	6.87	181° C	0,038 %	0,185 %
16.559	Rouge foncé	0,920	néant	45.7	7.06	177° C	0,023 %	0,090 %
16.631	Jaune rougeâtre	0,928	néant	22.3	3.82	165° C	0,012 %	0,071 %
16.884	Rouge légèrement foncé	0,902	néant	98.7	12.8	219° C	néant	0,019 %
16.886	Rouge légèrement foncé	0,898	néant	60.0	8.51	204° C	néant	0,011 %
16.887	Rouge foncé	0,905	néant	56.4	19.0	234° C	néant	néant

Complémentairement à l'essai de stabilité il semble recommandable d'effectuer sur les huiles pour automobiles: l'essai de volatilité dont il a été question précédemment, la détermination de l'acidité sur huiles ayant subi l'essai de stabilité jusqu'à c.f.d.; de même que les courbes de viscosité aux températures de 20, 50, 80 et 100° C.

Nous donnerons ci-dessous quelques chiffres de volatilité et les résultats d'essais de stabilité sur cinq huiles de provenances diverses.

¹⁾ Ces chauffages ont été effectués dans les conditions renseignées au paragraphe Huiles pour transformateurs — Essais de stabilité.

No. E.	Couleur	Densité à 15° C.	Humidité Alcalinité Acidité	Viscosité Engler		Point d'in- flammabilité Pensky	Volatilité		Chauffage	
				20°	50°		3 heures à 170° C.	10 heures à 200° C.	5 heures à 107° C.	10 heures à 200° C.
24.811	Rouge verdâtre	0,911	néant	81,6	10,9	186° C.	0,47 %	5,05 %	pas dépôt	0,022 % noirâtre
24.812	Jaune rougeâtre	0,901	néant	56,0	8,07	206° C.	0,40 %	3,18 %	pas dépôt	0,064 % noirâtre
24.813	Rougeâtre	0,935	néant	93,8	9,84	189° C.	0,78 %	6,64 %	pas dépôt	0,044 % noirâtre
18.441	Jaune rougeâtre	0,905	néant	23,3	4,40	182° C.	0,50 %	1,20 %	pas dépôt	0,230 % noirâtre
18.444	Jaune	0,889	néant	15,3	3,46	174° C.	0,54 %	1,45 %	pas dépôt	pas de dépôt rou- ge très foncé.

Le tableau ci-dessous donne les résultats d'huiles d'origines et de fournisseurs différents et livrées pour un même type de moteur.

No. E.	Couleur	Densité à 15° C.	Humidité Alcalinité Acidité	Viscosité Engler		Point d'in- flammabilité Pensky	Volatilité		Chauffage	
				20°	50°		3 heures à 145° C.	3 heures à 170° C.	5 heures à 170° C.	10 heures à 200° C.
18.212	Rougeâtre	0,890	néant	24,5	4,81	218° C.	0,10 %	0,22 %	traces de dépôt	0,258 % noirâtre
18.213	Rouge légè- ment foncé	0,914	néant	100,3	13,0	201° C.	0,21 %	0,51 %	pas dépôt	lég. traces dépôt noirâtre.
20.542	Rouge verdâtre	0,914	néant	74,88	9,85	203° C.	0,28 %	0,64 %	pas dépôt	0,030 % noirâtre

Le no. 18.212 s'est montrée d'une qualité dangereuse à employer, non seulement à cause de la viscosité non appropriée mais surtout à cause de la formation en service d'incrustations de nature charbonneuse et de formation de dépôt très marquée.

Le no. 24.812 est de même marque que le no. 16.884 repris au tableau de la page précédente. On constate des différences marquées prouvant l'utilité d'un contrôle régulier.

L'huile no. 18.441 était une huile bon marché pour moteurs d'un type très répandu.

L'huile no. 18.444 était une huile de prix assez élevé mais dont les constatations lors de son emploi ont été très favorables aussi bien au point de vue de la conservation de ses qualités qu'au point de vue économique: dépense kilomètre.

DISCUSSION

Prof. SCHLÄPFER, Zürich,

demande ce que M. Matthis entend par une huile bien raffinée?

M. MATTHIS.

Une huile sans ou ne renfermant que peu d'hydrocarbures non-saturés.

Prof. SCHLÄPFER

a peur qu'un chauffage à 200 ° C. donne des résultats non comparables à ce qui se passe dans la pratique. L'oxydation à 200 °C. et à une température moins élevée donnent des produits différents. N'est il pas à craindre qu'à 200° C. on a des pertes par évaporation pendant l'essai?

M. MATTHIS

Pour avoir des résultats comparables à ce qui se passe dans la pratique, il faudrait faire l'essai à 80° C. environ — température normale des transformateurs en service — et ne pas faire agir d'oxygène, ni d'air, ni de cuivre etc. Alors l'essai durerait plusieurs années.

L'essai ci-dessus est un essai rapide susceptible d'être modifié si par d'autres conditions on peut lui conserver sa rapidité. Les essais communiqués ne forment pas une étude scientifique. Ils avaient seulement pour but de permettre d'examiner d'avance une huile quant à sa stabilité.

M. STÄGER, Baden (Schweiz)

est de l'opinion qu'une température de 200° C. est trop élevée (vide ses remarques à propos du discours de M. Marschalko, C. 2).

Suivant des essais un chauffage à 200° C. résulte en une destruction oxydative. Ils se forment des acides volatiles qui échappent.

M. MATTHIS

Par détermination de la perte par évaporation à une température élevée on peut mesurer les produits volatils qui se forment. D'ailleurs les produits volatils, ne restant pas dans l'huile, n'ont pas autant d'intérêt que l'huile elle même qui reste dans l'appareil.

M. GONZÁLEZ, Madrid,

demande s'il y a des observations si les huiles qui se sont montrées de mauvaise qualité suivant l'essai de M. Matthis ont donné à l'emploi des résultats mauvais.

M. MATTHIS

Les huiles qui ont suffi à l'examen précédent ont donné satisfaction à l'emploi. Il n'a jamais été fait emploi d'une huile qui ne suffisait pas à cet examen. D'un autre côté, cet essai proposé a été trouvé à même de déceler un raffinage insuffisant mais aussi un raffinage trop poussé, celui-ci ayant entre autre pour résultat de redonner aux molécules l'instabilité qu'elles ont lors d'un raffinage incomplet.

PLASTICITY AND ELASTICITY OF RUBBER

by

A. VAN ROSSEM AND H. VAN DER MEYDEN¹⁾

Plasticity determinations of raw and masticated rubber have in recent years attracted a great deal of the rubber chemists' attention, as the publications of Marzetti²⁾, Williams³⁾, De Vries⁴⁾, Griffiths⁵⁾ and others have proved. In various laboratories plasticity measurements have even become routine tests in relation to raw and masticated rubber.

There are, generally speaking, two methods of determining the plasticity of rubber, viz.

1°. the extrusion method, in which the masticated dough is extruded through an orifice (Marzetti), and the extruded portion weighed. This method can be used only for masticated rubber and rubber mixings.

2°. compression method, in which a piece of raw or masticated rubber is compressed and the decrease in thickness is measured.

This method has been used in the past by many investigators for plasticity measurements of various substances, e.g. by Speedy⁶⁾ who as long ago as 1920 carried out plasticity determinations on guttapercha, balata, and various bitumens with the Widney resiliometer, an apparatus based on the compression principle. Williams³⁾ was the first to apply this method, in 1924, to the determination of the plasticity of rubber and since then De Vries⁴⁾ especially has made use of this method in his extensive investigations on the plasticity of raw rubber.

In the Netherland Government Rubber Institute also plasticity measurements have been made out according to this second method. The plastometer which was used for these experiments was constructed by Mr. J. A. C. van Kampen, instrument maker of the laboratory of Technical Botany, Technical University, Delft. For the details of its construction reference may be made to the publication of De Vries⁴⁾, who used the similar instrument.

¹⁾ Presented by A. van Rossem.

²⁾ *Giorn. Chim. Ind. Appl.* 5, 342 (1923). See also *India Rubber Journal* 66, 417 (1923).

³⁾ *Ind. Eng. Chem.* 16, 362 (1924).

⁴⁾ *Archief v. d. Rubbercultuur* 8, 223 (1925).

⁵⁾ *Trans. Inst. Rubber Ind.* 1, 308 (1925/26).

⁶⁾ *Journ. Soc. Chem. Ind.* 39, 18T (1920).

One important alteration was made in the instrument. Most of the previous investigators have compressed the rubber between two parallel plane surfaces and have measured the decrease in thickness in relation to time. During such measurements the surface of the rubber under pressure, is continuously increasing and therefore the pressure per unit of surface is continuously diminishing.

Bingham, who more than any other investigator has contributed towards the theory of plasticity, always used a constant pressure (per unit surface) in his

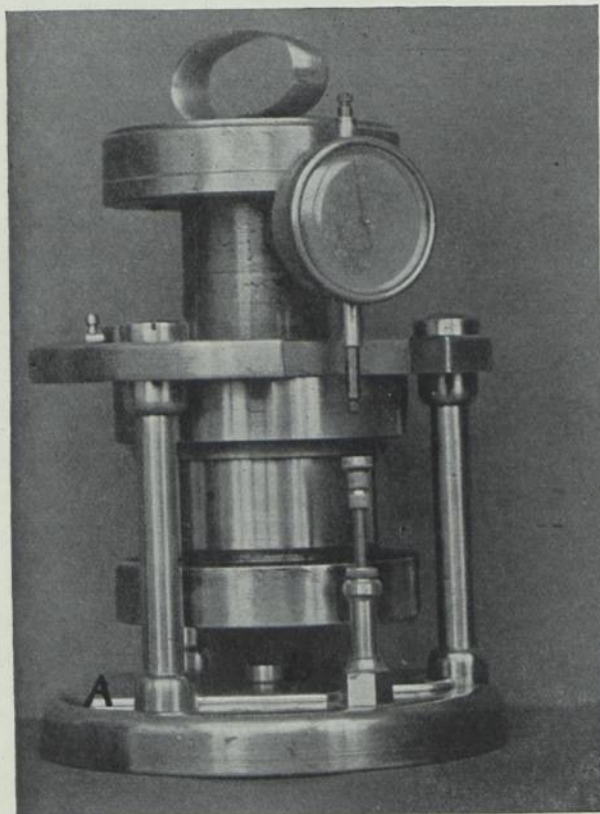


FIG. 1. Plastometer with loose plate and platform

experiments. It seemed advisable therefore to have a constant pressure per unit surface in our plasticity experiments. This condition was easily fulfilled by pressing the rubber on a platform of 1 sq. cm surface, screwed into a loose ground plate. In this way the rubber flows from the platform and only a constant area is pressed.

Fig. 1 gives a photograph of the plastometer, the loose plate with platform being clearly visible.

The decrease in thickness of the rubber is measured by a gauge, which reads to 1/100 mm, and the plastometer can be used at any temperature by making use of a constant temperature thermostate or drying oven with glass window.

Various investigators carrying out plasticity measurements have simply determined the curve of decrease of thick-

ness in relation to time of pressure and have used the thickness of the rubber after an arbitrary period of time as a measure of plasticity²⁾. It may be pointed that such curves do not establish the plasticity of the material under investigation. Maxwell³⁾ gave the following definition of plastic bodies: „If the form of a body is found to be *permanently* altered when the stress *exceeds a certain value*, the body is said to be soft or plastic”. It is particularly the permanency of this alteration of

¹⁾ Fluidity and Plasticity (New-York, 1922).

²⁾ Compare e.g. Williams l.c., Griffith l.c. Report of the Physical Testing Committee of the Division of Rubber Chemistry, Ind. Eng. Chem. 17, 535 (1925).

³⁾ Compare: Bingham, Fluidity and Plasticity, p. 215.

form, which decides whether plasticity or some other physical property is measured.

If the alteration in form is not permanent, the substance is either viscous or elastic. It is therefore of great importance in plasticity measurements not only to measure the decrease in thickness, but also to observe any recovery when the applied weight is raised ¹⁾, and to measure the recovery in relation to time.

Bingham ²⁾ in his excellent treatise on Plasticity and Elasticity, discriminates three possibilities in regard to deformation under shearing stress:

a. *elasticity*.

Deformation occurs instantaneously and after removing the stress recovery is instantaneous.

b. *plastic flow*.

After removing the stress, there is no recovery.

c. *pseudo elastic flow*.

After removing the stress, a slow recovery (the so-called elastic after-effect) occurs.

These considerations have been applied to our plasticity determinations on rubber. The following is a brief outline of the results obtained with masticated and with vulcanised rubber.

Masticated Rubber.

First Latex Crêpe was masticated for 15 minutes. With a plastometer of the type just described the compression curve, i.e. the decrease in thickness of the rubber under a constant load of 5 kgs per sq. cm was determined at increasing temperatures. The results of these determinations are collected in Table 1 and graphically represented in Fig. 2.

It is obvious from the results, that masticated rubber becomes softer with increasing temperature.

From the considerations advanced above it is evident that the curves in Fig. 2 do not establish the plasticity of masticated rubber. These curves might be given equally well by a highly viscous material such as bitumen, or by a soft elastic material. Therefore the recovery of the compressed rubber was studied at the same temperatures. The results obtained at 16° C., 45° C., and 70° C. have been compiled in Table 2 while the results at 16°, 30°, 45°, 50°, 60° and 70° C. are all graphically represented in Fig. 3.

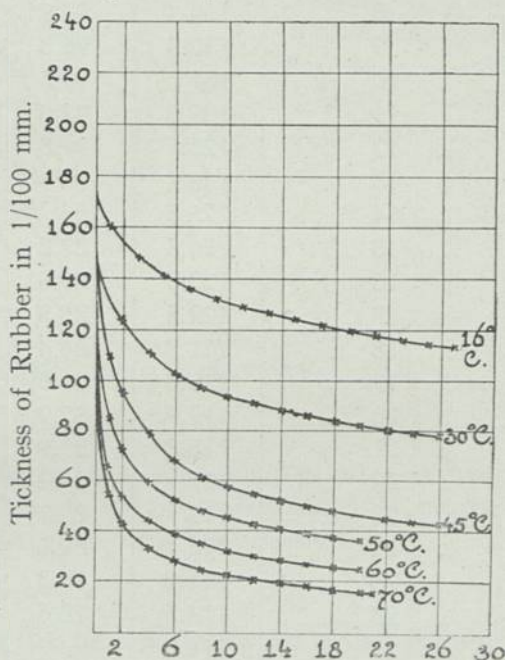


FIG. 2. Time of pressure in Min. Influence of Temperature on the compression of Masticated Rubber

¹⁾ De Vries has also drawn attention to this point, conferr. *Archief v. d. Rubbercultuur* 8, 247 (1925).

²⁾ *Journ. Franklin Institution* 197, 99 (1924).

TABLE 1. *Influence of Temperature on the Compression of Masticated Rubber. First Latex Crêpe, masticated 15 min.*

Time	Thickness of rubber in 1/100 mm.					
	at 16° C.	at 30° C.	at 45° C.	at 50° C.	at 60° C.	at 70° C.
After 1 min.	160	132	110	85	66	55
" 2 "	153	123	94	73	54	43
" 3 "	147	116	85	65	48	37
" 4 "	144	110.5	78	58.8	44	33
" 5 "	141	106.5	73	55.1	41.5	30.5
" 6 "	138.5	103	68	52	39.4	28
" 7 "	136	100	65	50.2	37.2	26
" 8 "	134	97.9	62	48.4	35.6	25
" 9 "	132.5	96.3	59.5	47.0	34	23.8
" 10 "	131	94.5	57.8	45.5	33	22.5
" 11 "	129.5	92.8	56	44.2	32.0	21.8
" 12 "	128	91.5		43.0	31.0	20.8
" 13 "	126.7		54	42.0	30.0	20
" 14 "	125.5	89	52.5	41.2	29.3	19.2
" 15 "	124.5	87.8	51	40.5	28.7	18.8
" 16 "	123.5	86.6	50.1	39.9	28.0	18.0
" 17 "	122.6	85.5	49.2	39.0	27.3	17.5
" 18 "	121.7	84.4	48.3	38.2	26.8	17.0
" 19 "	120.8	83.6		37.5	26.2	16.7
" 20 "	119.9	82.9	47.0	36.8	25.8	16.3
" 21 "	118.8	81.9				15.9
" 22 "	118	81.2	45.8			
" 23 "	117	80.7	45.1			
" 24 "	116	80.0	44.5			
" 25 "	115.2	79.3	44			
" 26 "	114.5	78.5	43.5			
" 27 "	114.0					

At 16° C. we see a small elastic recovery followed by a large elastic after-effect; in 130 minutes the original thickness is fully recovered. At 30° C. the recovery takes 200 min., but at 45° C. there is only partly recovery, and therefore at this temperature masticated rubber is partly plastic. At 60° C. plasticity is still more marked and at 70° C. there is only a very small elastic after-effect and the material is practically fully plastic.

It is obvious, that the compression curves alone are misleading since masticated

TABLE 2. *Recovery of Compressed Rubber Slabs at various Temperatures. Thickness in 1/100 mm.*

Temperature 16° C. Original Thickness 210 Compressed to 115		Temperature 45° C. Original Thickness 218 Compressed to 44		Temperature 70° C. Original Thickness 190 Compressed to 17	
After 1 min.	130	After 1 min.	46	After 1 min.	22
" 5 "	155	" 3 "	57	" 7 "	27
" 10 "	173	" 8 "	64	" 20 "	27
" 15 "	178	" 13 "	71	" 30 "	28
" 20 "	183	" 18 "	80	" 1 h.30 min.	30
" 25 "	189	" 23 "	84	" 2 " 30 "	32
" 30 "	192	" 28 "	86	" 3 hours	32
" 40 "	197	" 1 h. 35 min.	115	" 4 h. 30 min.	33
" 45 "	198	" 1 " 48 "	117	" 5 " 30 "	33
" 50 "	199	" 2 hours	119	" 24 hours	35
" 1 hour	201	" 2 h. 30 min.	123	" 3 × 24 hours	35
" 1 h. 5 min.	202	" 3 " 30 "	125		
" 1 " 20 "	205	" 4 hours	126		
" 1 " 30 "	207	" 5 "	127		
" 1 " 50 "	209				
" 2 hours	210				
full recovery. elasticity. elastic after-effect.		part recovery. elastic after-effect. plasticity.		small recovery. plasticity.	

rubber at 16° C. does not show real plasticity, but only pseudo-plastic flow, with an elastic after-effect, while the same rubber at 70° C. shows real plasticity, practically no elastic after-effect being visible after removing the pressure.

Vulcanised Rubber.

For various reasons, which may be omitted here, it seemed likely that vulcanised rubber at high temperatures possessed a certain amount of plasticity. To investigate this possibility, plasticity determinations have been carried out with vulcanised rubber of increasing degree of vulcanisation.

A mixing of 92½ parts of F. L. Crêpe and 7½ parts of sulphur was vulcanised during increasing times of cure ranging from 30 to 240 minutes at 147° C.

With the plastometer the relation of compression to time of pressure was determined at various temperatures e. g. 18°, 100°, 130° and 147° C.

The results obtained at a temperature of 147°C . have been represented graphically in Fig. 4. As has been pointed out above these curves do not establish plasticity, and therefore the recovery has been studied at 18° , 100° , 130° and 147°C .

For the sake of brevity the tables containing the measurements of recovery with time will not be reproduced here. The measurements at 147°C . are represented graphically in Fig. 5.

As with unvulcanised rubber three properties of the vulcanised rubber were discriminated:

- a. elastic recovery, being an instantaneous recovery,
- b. elastic after-effect, being a slow recovery,
- c. plasticity, being the residual permanent compression.

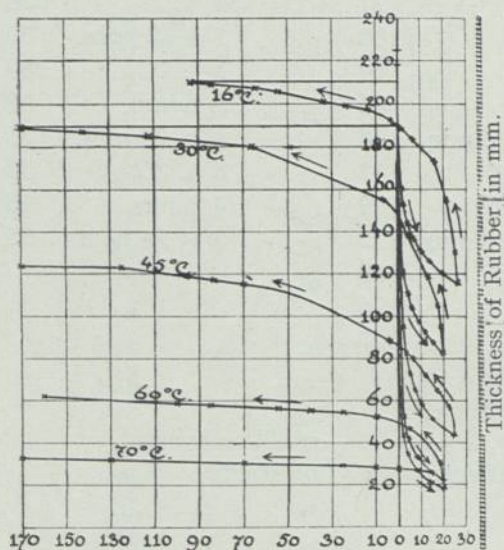


FIG. 3. Elasticity and Plasticity of Masticated Rubber at various Temperatures

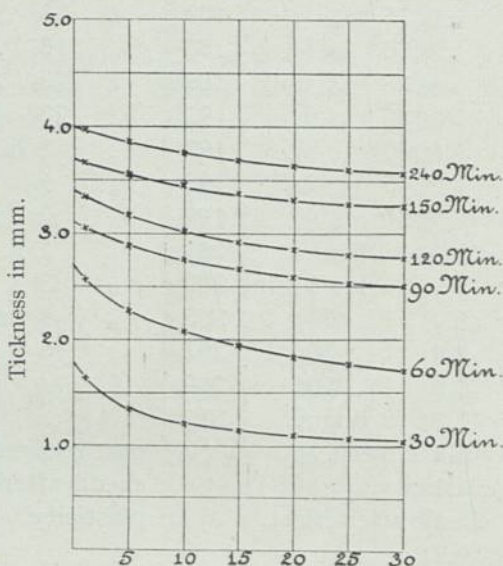


FIG. 4. Relation between Compression and Time of Pressure at 147°C . for Vulcanised Rubber of increasing Time of Cure

These three properties have been expressed as percentages of the total compression after 30 min. pressure, and the values in % are collected in Table 3.

From these figures the following conclusions may be derived.

At 18°C . For short times of cure the vulcanised rubber shows elastic recovery, and elastic after-effect, no plasticity. The elastic recovery increases rapidly with time of cure, being 100 % for 150 and 240 min. cure.

At 100°C . Undervulcanised rubber (30 min. cure) shows elastic recovery, some elastic after-effect and also a certain amount of plasticity, which diminishes to zero at longer times of cure. After 240 min. vulcanisation the rubber shows only elastic recovery.

TABLE 3. *Elasticity and Plasticity of Vulcanised Rubber at various Temperatures.*

Mix: F. L. Crêpe 352 : 92½ Parts.

Sulphur : 7½ "

Time of Cure.	Total Compression 100 %.	Elastic Compression %	Elastic Recovery %	Elastic After-effect %	Plasticity or Permanent Set %
at 18° C.					
30 Min.	100 %	78 %	59 %	37 %	4 %
60 "	100 %	83 %	81 %	19 %	0 %
90 "	100 %	87 %	89 %	11 %	0 %
120 "	100 %	93 %	93 %	7 %	0 %
150 "	100 %	93 %	100 %	0 %	0 %
240 "	100 %	95 %	100 %	0 %	0 %
at 100° C.					
30 Min.	100 %	84 %	62 %	18 %	20 %
60 "	100 %	88 %	85 %	15 %	0 %
90 "	100 %	93 %	95 %	5 %	0 %
120 "	100 %	96 %	94 %	6 %	0 %
150 "	100 %	96 %	93 %	7 %	0 %
240 "	100 %	97 %	100 %	0 %	0 %
at 130° C.					
30 Min.	100 %	74 %	23 %	53 %	24 %
60 "	100 %	84 %	71 %	14 %	15 %
90 "	—	—	—	—	—
120 "	100 %	83 %	75 %	23 %	2 %
150 "	—	—	—	—	—
240 "	100 %	92 %	92 %	8 %	0 %
at 147° C.					
30 Min.	100 %	82 %	21 %	25 %	54 %
60 "	100 %	71 %	38 %	24 %	38 %
90 "	100 %	76 %	45 %	32 %	23 %
120 "	100 %	71 %	55 %	18 %	27 %
150 "	100 %	75 %	61 %	16 %	23 %
240 "	100 %	70 %	65 %	7 %	28 %

At 130°C . The vulcanised rubber has the same properties as at 100°C ., though the under-vulcanised rubber (30 min. cure) shows a larger percentage of elastic after-effect.

At 147°C . The relation between the properties has considerably changed.

The undervulcanised rubber shows a much smaller amount of elastic recovery and of elastic after-effect, and a larger plasticity. With increasing time of cure the

elastic recovery increases to 65 %, elastic after-effect decreases to 7 %, and the plasticity decreases slowly but even after vulcanisation for 240 min. is still 28 %.

These figures prove that vulcanised rubber shows a considerable amount of plasticity. In the case of undercured rubber this is obvious even at 100°C ., while rubbers cured for longer periods show considerable plasticity but only at 147°C . These considerations are important from a scientific as well as from a technical standpoint.

The foregoing results in regard to plasticity have been derived only from compression-recovery tests. It will be highly important to get a better insight into the elastic and plastic properties at high

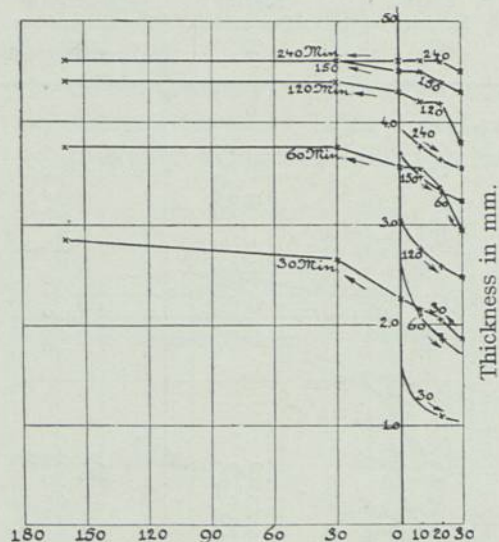


FIG. 5. Time in Minutes, Elasticity and Plasticity of Vulcanised Rubber at 147°C .

temperatures during elongation tests also. Only a thorough study of elasticity-plasticity relations under various conditions will give us eventually a real constructive view of the qualities of rubber.

It may be pointed out also that the experiments described above require to be co-ordinated with the results of X-ray tests of rubber under compression, as it is probable that the properties of rubber may be explained to a considerable extent from its X-ray spectrograms.

FORTSCHRITTE DER CHEMIE UND DER CHEMISCHEN PRÜFUNG DES KAUTSCHUCKS

von

PROF. DR. E. KINDSCHER

Staatl. Materialprüfungsamt, Berlin

Der Kautschuk rückt mehr und mehr in den Brennpunkt des Interesses des wissenschaftlich arbeitenden Chemikers. Gehört er doch ebenso wie die Polysaccharide und Eiweissstoffe zu der wichtigen, noch wenig durchforschten Gruppe der kolloiden Naturstoffe, denen sich die Wissenschaftler in immer grösser werdender Zahl zuwenden, da ein Bedürfnis besteht, den besonderen Charakter dieser Substanzen zu erklären. Gegenüber vielen anderen zu dieser Gruppe gehörenden Stoffen besitzt der Kautschuk den Vorzug verhältnismässig einfacher chemischer Zusammensetzung. Er ist ein Kohlenwasserstoff, und es ist anzunehmen, dass bei einem derartigen Kolloid die Verhältnisse einfacher liegen werden, als bei solchen Kolloiden die ausser Kohlenstoff und Wasserstoff, wie z.B. die Eiweissstoffe auch noch Sauerstoff und Stickstoff enthalten. Weiter wissen wir, dass der Kautschuk bei der trockenen Destillation unter anderem Isopren liefert, aus dem wiederum durch Polymerisation der synthetische Kautschuk gewonnen werden kann. Wieviele Isoprenmoleküle aber zusammentreten müssen, und in welcher Weise dieser Zusammenschluss zu erfolgen hat, damit das Naturprodukt mit seinen hohen technischen Qualitäten entsteht, darüber herrscht noch keine Klarheit. Dieser Punkt ist es aber grade, auf den sich zur Zeit das besondere Interesse der Wissenschaftler konzentriert. Man sucht, wie sich Staudinger ausdrückte, einen Zusammenhang zwischen den auffallenden physikalischen Eigenschaften dieser Stoffe und ihrer chemischen Zusammensetzung; denn bei einfacheren organischen Verbindungen bestehen zwischen den physikalischen Eigenschaften, wie Löslichkeit und Flüchtigkeit, und dem Bau der Moleküle weitgehende Beziehungen, die bei den hier in Frage stehenden Stoffen fehlen. Wir wissen noch nicht, wie eine organische Verbindung zusammengesetzt sein muss, um z. B. die elastischen Eigenschaften des Kautschuks zu besitzen.

Diese Fragen studiert Staudinger nicht an den schwer zu reinigenden Naturprodukten, sondern an Modellen, die er aus einfachen, wohldefinierten Verbindungen synthetisch herstellte. Auf Grund seiner Arbeiten kommt er zu dem

Schlusse, dass in solchen Stoffen sehr viele Grundmoleküle gleichartig durch normale Valenzen gebunden sind, sodass sie aus Makromolekülen bestehen, denen ein sehr hohes Molekulargewicht zuzuteilen ist, da die kolloiden Eigenschaften bei chemischen Umsetzungen in den Molekülen erhalten bleiben und das Molekulargewicht sich nicht ändert. Der Begriff Molekulargewicht ist hier aber nicht im Sinne einer einfachen chemischen Verbindung aufzufassen, bei der alle Moleküle gleichen Bau und gleiche Zusammensetzung haben, und ein Gemisch von Monomeren, Dimeren und Trimeren sich infolge der Unterschiede in den physikalischen Eigenschaften leicht trennen lässt. Bei Makromolekülen, die mindestens 100, wahrscheinlich noch weit mehr Grundmoleküle gebunden enthalten, ist die Herstellung reiner, einheitlicher Individuen nicht möglich, denn ein Molekül, das aus 100 Grundmolekülen entstanden ist, zeigt ausserordentlich geringe Unterschiede von einem solchen, das 101 oder 102 Grundmoleküle enthält, sodass eine Trennung von Gemischen solcher verschieden polymerer Stoffe mit den heutigen Methoden nicht durchführbar ist. Bei Angabe von Molekulargewichten kann es sich also bei Makromolekülen nur um Durchschnittswerte handeln. Die Uneinheitlichkeit der Makromoleküle bedingt nun nach Staudinger die eigentümlichen physikalischen Eigenschaften der hochpolymeren Naturstoffe. Hierzu kommt, dass solch grosse Moleküle stärkere Tendenz zur Assoziation zeigen, als kleinere Moleküle.

Im Kautschuk und der Guttapercha sind also nach Staudinger sehr grosse Moleküle, sehr lange Kohlenstoffketten anzunehmen. Weiterhin glaubt er, dass der Kautschuk so grosse Moleküle besitzt, dass sie schon bei gewöhnlicher Temperatur sehr labil sind und sich zerspalten, wobei am Ende der langen Ketten dreiwertige Kohlenstoffatome auftreten. Möglicherweise ist hierauf eine Reihe der charakteristischen Eigenschaften zurückzuführen. Den Unterschied zwischen Kautschuk und Guttapercha vermutet Staudinger im Bau der Makromoleküle denn gewisse Abbauprodukte beider Naturstoffe sind identisch. Nach ihm hat der Kautschuk wahrscheinlich grössere und weniger einheitliche Moleküle.

Pummerer kommt zu anderen Anschauungen, fasst aber den Kautschuk ebenfalls als mehrphasisches System auf. Gelang es ihm doch, den aus Hevealatech ohne Lösungs- und Walzprozess analysenrein isolierten „Totalkautschuk“ in ätherlöslichen „Solkautschuk“ und ätherunlöslichen „Gelkautschuk“ zu trennen. Beide sind reiner Kautschukkohlenwasserstoff, und der Gelkautschuk verkörpert die Zähigkeit, der Solkautschuk die Elastizität des Naturproduktes. Durch Quellen in Benzol, besonders in Gegenwart basischer oder saurer Agenzien, wird der Gelkautschuk desaggregiert und ätherlöslich. Umgekehrt tritt beim Lagern von frisch aus Ätherlösung isoliertem Kautschuk Aggregation, d. h. Bildung von Gelkautschuk ein. Solkautschuk und desaggregierter Gelkautschuk sind aber nach Versuchen Pummerers nicht ohne weiteres gleichzusetzen, wenn auch Solkautschuk sicher zum Teil aus desaggregiertem Gelkautschuk besteht. Einem bestimmten und stark vorherrschenden Kohlenwasserstofftypus kommt jedenfalls die Fähigkeit zur Gelbildung zu. Wieviel davon im Gelzustand vorhanden ist hängt von der Vorgeschichte des Präparates ab. Das Löslichwerden des Gel-

kautschuks bedeutet nach Pummerer ein Zerstören gewachsener, übermolekularer Ordnungen. Da aber der Gelkautschuk im Röntgenbild im ungedehnten Zustande nicht mehr kristallisiert erscheint als gewöhnlicher Kautschuk, so ist es fraglich, ob diese übermolekularen Ordnungen dreidimensional sind. Ist das Löslichwerden aber kein Zerstören von Kristallen, so doch mindestens ein Zerstören kolloidchemischer Ordnungen. Hierauf deuten auch die Molekulargewichtsbestimmungen Pummerers hin, die für das mittlere Molekulargewicht der verschiedenen Kautschukfraktionen nahe übereinstimmende Werte lieferten, sodass das gleiche Stammolekül vorliegen muss. In Benzol ist das Molekulargewicht zwar, infolge von Assoziation der Stammoleküle, unendlich gross. In Kampfer oder 2 %iger Menthollösung werden aber schon Werte zwischen 1100 und 1600 erhalten. Mit 1 %iger Menthollösung ergab sich schliesslich der überraschende Wert von 600, der sich nicht mehr änderte, wenn die Kautschukkonzentration auf $\frac{1}{2}$ % verringert wurde. Im niedrigst siedenden Lösungsmittel wurde also der niedrigste Wert erhalten, und es scheint darauf anzukommen, dass das Lösungsmittel zu den Stammolekülen grössere Verwandtschaft zeigt, als die Stammoleküle des Kolloids untereinander, damit die Mizellen gesprengt werden. Wird der Kautschuk aus solchen Lösungen isoliert, so ist sein Molekulargewicht in Benzol wieder unendlich gross. Pummerer nimmt daher ein nicht allzugrosses Stammolekül an, zumal Solkautschuk aus Benzollösung durch Kollodiummembranen dialysierbar ist. Eine offene Kette mit endständigen konjugierten Doppelbindungen hält er nach optischen und jodometrischen Messungen für ausgeschlossen. Vielmehr dürfte nach seiner Ansicht ein endständiger Ring geschlossen sein, oder es sind endständige Doppelbindungen mehrerer Moleküle zusammengetreten, oder es ist von vornherein ein grosser Ring aus Isoprengruppen im Sinne von Harries zustande gekommen. Von der konzentrischen Anwendung der kryoskopischen, optischen und titrimetrischen Methode, sowie des Ozonabbaus auf möglichst einheitliche Fraktionen erhofft Pummerer in nicht zu ferner Zeit die Aufklärung der feineren Konstitution des Kautschuks. Dies ist um so mehr zu wünschen, als mit einer restlosen Lösung des Vulkanisationsproblems in chemischer Hinsicht nicht eher zu rechnen sein dürfte, als bis diese konstitutionschemischen Fragen geklärt sind. Vielleicht kommt dann auch die Zeit einer direkten Bestimmung des Kautschuks in Vulkanisaten.

Für die Auffassung des Kautschuks als mehrphasisches System sprechen auch die Latexuntersuchungen von Hauser. Nach ihm besitzt jedes Kautschukteilchen des Hevealates eine äussere, annähernd feste, elastische Haut, die aus einer in Benzol schwerlöslichen, dem Rohkautschuk physikalisch schon nahestehenden Substanz besteht. Diese Haut umschliesst die zähflüssige Kernsubstanz, welche die Hauptmenge des Kautschukteilchens ausmacht und in Benzol leicht löslich ist. Über der äusseren Haut befindet sich noch eine adsorbierte Proteinschicht. Zur Klärung der Qualitätsunterschiede von Kautschuksorten verschiedener botanischer Herkunft erscheint auch die Feststellung Hausers beachtenswert, dass z.B. der Latex von *Ficus elastica* nur völlig flüssige Kautschukteilchen enthält,

während sich der Kautschuk im Milchsaft von *Manihot glaziovii* als homogene, zähe, klebrige Masse vorfindet.

Bekanntlich wird nun der Hevea-Plantagenkautschuk zum überwiegenden Teil durch Säurekoagulation gewonnen. Hierbei spielen die Proteine im Latex die ausschlaggebende Rolle und gehen mit den sogenannten „Kautschukharzen“ in das Koagulum über. Diese Begleitstoffe des Kautschukkohlenwasserstoffs sind für das Verhalten der verschiedenen Plantagensorten bei der technischen Verarbeitung, insbesondere der Vulkanisation, von grosser Bedeutung. Bleibt nämlich bei der Weiterverarbeitung des Koagulums, wie bei der Sheetbereitung, ein Teil des Serums im Kautschuk zurück, so ist dessen Vulkanisationsgeschwindigkeit grösser, als wenn bei der Crêpeherstellung die Serumbestandteile weitgehend ausgewaschen werden. Beim Räuchern der Sheets wird aber der beschleunigende Einfluss durch Bestandteile des Rauches aufgehoben. Der ganz besonders rasch vulkanisierende Slabkautschuk wird erhalten, wenn das nasse Koagulum vor der Crêpe- und Sheetbereitung etwa 6 Tage bei der Tropentemperatur liegen bleibt. Dass dieser Reifungsprozess beim Erhitzen des Koagulums oder in Gegenwart antiseptisch wirkender Stoffe ausbleibt, lässt schon erkennen, dass er auf Fäulnisprozessen beruht, welche die Proteine zersetzen und, wie Bruni und Levi nachweisen konnten, kräftige Vulkanisationsbeschleuniger, wie z.B. Tetra- und Pentamethyldiamin, liefern. Derartige Fäulnisprozesse werden sich auch, wenn auch in beschränkterer Masse, in den Anfängen der Sheetrocknung abspielen. Bei höherer Trocknungstemperatur als der normalen von 30° werden sie begünstigt, und man erhält einen Kautschuk, der rascher vulkanisiert als gewöhnlicher Sheetkautschuk.

Die in Aceton löslichen, sogenannten „Kautschukharze“ bestehen nach den Untersuchungen von Whitby bei Heveaplantagenkautschuk etwa zur Hälfte aus freien Fettsäuren, Öl- und Linolensäure nebst etwa 5 % Stearinsäure. Dekker fand ausserdem Palmitinsäure, Fettsäureester und wasserlösliche, flüchtige Säuren, wie Ameisen- und Buttersäure. Nach Dekker und van Rossem überwiegen im allgemeinen die freien Säuren, und die Menge der wasserlöslichen Säuren ist meist nur gering. Im Acetonextrakt von Slabkautschuk fanden Bruni und Levi Valeriansäure, α -Aminovaleriansäure, α -Aminocapronsäure, phenylethylsäures Kalium und die bereits erwähnten Diamine, Tetra- und Pentamethyldiamin. Die Anwesenheit dieser Stickstoffverbindungen deutet auf die Zusammenhänge zwischen Proteinen und Acetonextrakt hin. Interessante Feststellungen hinsichtlich der unverseifbaren Bestandteile des Acetonextraktes stammen von Bruson, Sebrell und Vogt. Sie isolierten ein zu etwa 0,08—0,16 % im Rohkautschuk enthaltenes rötliches, viskoses Öl, das sie als das natürliche Antioxydant des Kautschuks ansprechen.

Der Gehalt des Rohkautschuks an freien Fettsäuren hat nun für die Erklärung der Wirkung der Vulkanisationsbeschleuniger eine ganz besondere Bedeutung erlangt. Schon lange war ja bekannt, dass für die beschleunigende Wirkung anorganischer Verbindungen, wie Bleiglätte, die acetonlöslichen Bestandteile des

Kautschuks eine wichtige Rolle spielen. Später stellten Bedford und Winkelmann fest, dass die beschleunigende Wirkung dieser Verbindungen verstärkt wird, wenn dem Kautschuk organische Säuren, wie Öl- oder Stearinsäure, zugefügt werden. Auf Grund ihrer Versuche schlossen sie, dass die basischen anorganischen Verbindungen mit den sauren Begleitstoffen des Kautschuks unter Seifenbildung reagieren, und dass diese Seifen nur dann als Vulkanisationsbeschleuniger wirken, sofern sie im Kautschuk löslich sind. Nun hatte aber bereits C. O. Weber beobachtet, dass gewisse Wildkautschuksorten bei der Heissluftvulkanisation selbst in Gegenwart von Bleiglätte nicht vulkanisieren. Die Erklärung für dieses auffällige Verhalten lieferten Whitby und Bysow, die feststellten, dass der Säuregehalt der verschiedenen Kautschuksorten in weiten Grenzen wechselt. Die in Heissluft nicht vulkanisierenden Sorten sind ausserordentlich säurearm, können aber in Gegenwart von Bleiglätte sofort zur Vulkanisation gebracht werden, wenn man ihnen sauer wirkende Stoffe zufügt, die in Kautschuk lösliche Bleiseifen liefern. Für den prüftechnisch tätigen Chemiker ergibt sich aus diesen neuen Erkenntnissen, dass zur Beurteilung eines Rohkautschuks die Bestimmung der Menge der acetonlöslichen Bestandteile nicht mehr genügt. Die Säurezahl des Acetonextraktes und gegebenenfalls auch die Verteilungsart des Stickstoffs im Kautschuk sind Faktoren, die nicht vernachlässigt werden dürfen, da sie gestatten, das eigenartige Verhalten mancher Kautschuksorten bei der technischen Verarbeitung zu erklären und vorhandene Mängel abzustellen.

Diese anorganischen Beschleuniger wurden in neuerer Zeit durch solche organischer Natur in den Hintergrund gedrängt, da letztere nicht nur eine ausserordentlich starke Verkürzung der Heissdauer, sondern auch eine Herabsetzung der Vulkanisationstemperatur gestatten. Durch diese schonende Behandlung des Kautschuks werden bei auffallend niederem Vulkanisationskoeffizienten bessere mechanische Eigenschaften erzielt, als dies früher möglich war. Diese Verbindungen sind also nicht nur Vulkanisationsbeschleuniger, sondern auch Vulkanisationsveredler. Ihre Wirkung in chemischer Hinsicht wird der Überführung des dem Kautschuk zugemischten Schwefels in eine besonders aktive Form zugeschrieben. Hat doch Peachey gezeigt, dass Schwefel im status nascens die Vulkanisation bei Zimmertemperatur fast momentan bewirkt. Man nimmt an, dass die Beschleuniger mit Schwefel unter Bildung instabiler Verbindungen reagieren, die den aktiven Schwefel unter Rückbildung eines Beschleunigers abspalten. Nach Scott und Bedford bildet sich durch die Reaktion des elementaren Schwefels mit den Kautschukbegleitstoffen Schwefelwasserstoff, der sich an basische Beschleuniger unter Hydrosulfidbildung addiert. Letztere Verbindungen liefern dann durch Schwefelanlagerung Polysulfide, die Quelle des aktiven Schwefels. Ähnlich lässt sich nach ihrer Anschauung auch die Wirkung der anorganischen Beschleuniger bzw. der Metallseifen erklären. Beschleuniger, die von Hause aus die zur Polysulfidbildung befähigte Mercaptogruppe enthalten, bedürfen der Schwefelwasserstoffbildung nicht. Die aktivierende Wirkung des Zinkoxyds für eine Reihe dieser Verbindungen beruht nach Scott und Bedford auf der Entstehung polysulfid-

bildender Zinksalze. Auch Bruni und Romani nehmen die Bildung von Zinksalzen an, glauben aber, dass diese mit Schwefel nicht Polysulfide, sondern Disulfide liefern, die aktiven Schwefel unter Monosulfidbildung abspalten, weil z.B. die Thiuramdisulfide die Vulkanisation des Kautschuks auch ohne Schwefelzusatz herbeiführen. Da aber die als Zwischenprodukte angenommenen Zinksalze, wie Zinkdithiocarbamate und Zinkalkylxanthogenate, wiederum nur in Gegenwart von Zinkoxyd als Beschleuniger wirken, halten Bedford und Gray dieses Metall- oxyd zur Neutralisation saurer Verbindungen, wie Schwefelwasserstoff, für erforderlich, die sich während der Vulkanisation bilden und welche die als Polysulfidbildner wirkenden Zinksalze zersetzen. Dass auch bei dieser Zinkoxyd- aktivierung die im Kautschuk enthaltenen Fettsäuren eine wichtige Rolle spielen, wurde von Sebrell und Whitby gezeigt. Auch lassen eine Reihe interessanter Arbeiten erkennen, dass hinsichtlich der Wirkung dieser organischen Beschleuniger ihre Konstitution nicht ausser Acht gelassen werden darf. Weiterhin erklären die angeführten Theorien zwar den Reaktionsmechanismus der Schwefelübertragung einer grossen Reihe von Beschleunigern, sie geben aber über die Wirkungsweise der Nitroverbindungen, insbesondere des Nitrosophenols keinen Aufschluss. Hierzu kommt, dass nach Versuchsergebnissen von Le Blanc und Kröger neben der Wirkung auf den Schwefel auch eine solche auf den Kautschuk in Betracht gezogen werden muss, da die Viskosität von Kautschuklösungen durch Zusatz eines Beschleunigers abnimmt. Manche Lücke ist also in der Beschleunigerfrage noch auszufüllen, aber auch hier dürfen wir eine restlose Klärung erst erwarten, wenn das Rätsel der feineren Konstitution des Kautschuks gelöst ist.

Diese organischen Vulkanisationsbeschleuniger stellen nun an das Geschick des analysierenden Chemikers ganz besondere Anforderungen. Einerseits erschwert die Geringfügigkeit der Mengen, in denen sie den Gummimischungen zugesetzt werden und die Vielseitigkeit ihrer chemischen Natur die analytische Erkennung. Andererseits erleiden viele dieser Verbindungen während der Vulkanisation weitgehende Veränderungen oder verschwinden auch ganz, so dass nur aus den mechanischen Eigenschaften des Vulkanisats, dem auffällig niedrigen Gesamtschwefelgehalt und dem Vulkanisationskoeffizienten auf den Gebrauch eines Beschleunigers zu schliessen ist. Da viele der praktisch verwendeten Beschleuniger Stickstoff enthalten, und als solche oder in Form ihrer Zersetzungsprodukte in Aceton löslich sind, lässt ein 0,06 % übersteigender Stickstoffgehalt des Acetonextraktes einer Kautschukmischung ¹⁾ den Gebrauch eines Beschleunigers erkennen, sofern nicht gleichzeitig ein stickstoffhaltiges Antioxydanz zugegen ist. Die Identifizierung des Beschleunigers kann dann in manchen Fällen nach dem von Twiss und Martin angegebenen Untersuchungsgang erfolgen. Auch die Sublimation mit und ohne Vakuum, ja selbst die Wasserdampfdestillation kann gute Dienste leisten, sofern genügend Kautschukmaterial zur Verfügung steht. Sind Metallseifen in der Gummimischung zugegen, so genügt die Extraktion mit

¹⁾ Bezogen auf Reinkautschuk.

Aceton oder Chloroform im allgemeinen nicht; es muss vielmehr ein Gemisch von Alkohol mit Benzol oder Chloroform als Lösungsmittel verwendet werden.

Besonders erschwert die zunehmende Verwendung der Antioxydantien die Analyse. Neben Alterungsversuchen muss sich ihre Erkennung, besonders in Gegenwart von Beschleunigern, in ähnlichen Bahnen bewegen, wie sie für letztere Verbindungen üblich sind. Dass der Kautschuk bei Schutz vor Luftsauerstoff nahezu unbegrenzt haltbar ist, lassen die in mitteldeutschen Braunkohlenlagern vorkommenden und von mir als vulkanisierter Kautschuk gekennzeichneten „Affenhaare“ erkennen. Sie stellen den eingetrockneten Inhalt der Milchgefässe von Kautschukbäumen dar, die an der Kohlebildung beteiligt waren. Neue Funde lassen an der Form und dem Verlauf der Bohrgänge von Borkenkäfern erkennen, dass diese Gebilde tatsächlich in den Rindenpartien der Bäume liegen. Unwillkürlich drängt sich bei diesen Funden die bereits verschiedentlich angeschnittene Frage auf, ob die grosse Lebensdauer nicht auch mit darauf zurückzuführen ist, dass wir es hier mit Kautschuk zu tun haben, der ausser Wasser alle Latexbestandteile enthält.

Die in neuerer Zeit in Gummimischungen immer mehr verwendeten Plastikatoren, sowie die hochdispersen Füllstoffe, einschliesslich Russ, fügen sich im grossen und ganzen in den Analysengang ein, der von Haanen und mir aufgestellt wurde, und der als Grundlage für die „Richtlinien für Kautschukanalyse“ des Deutschen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik gedient hat. Eine Abtrennung der unverseifbaren Asphaltstoffe von Mineralölen und Paraffinen kann nach einem von Marcusson angegebenen Verfahren erfolgen, bei dem das Gemisch dieser Stoffe auf Kieselgur verteilt und letztere nach Verdunsten des Lösungsmittels mit leichtsiedendem Benzin extrahiert wird. Die Asphaltstoffe verbleiben auf der Kieselgur, und können später mit Chloroform heruntergelöst werden. Ölige Anteile des Bitumens gehen allerdings mit in das Benzin über. Meist bereitet das Abtrennen hochdisperser Füllstoffe nach Lösen des vulkanisierten Kautschuks mit Paraffin, Anisol usw. grosse Schwierigkeiten, da sie sich selbst beim Zentrifugieren nur unvollkommen absetzen. Gute Dienste leistet hierbei das früher von Goldberg beschriebene Verfahren, bei dem der vulkanisierte Kautschuk nach Extraktion mit Aceton usw. im Stickstoffstrom aus der Mischung abdestilliert wird. Schliesslich sei noch darauf aufmerksam gemacht, dass in modernen Mischungen auch auf Selen geachtet werden muss, da dieses seiner eigenartigen Wirkungen wegen, mehr und mehr gebraucht wird.

Die kurze Zusammenfassung wird Ihnen gezeigt haben, dass auf dem gesamten Gebiete der Chemie des Kautschuks fruchtbringende Arbeit geleistet worden ist. Alles ist aber noch im Fluss; vieles bedarf noch der Klärung und es wird noch langjährige, mühevollere Arbeit erforderlich sein, ehe die Rätsel des Kautschuks gelöst sein werden.

DISKUSSION

Dr. O. DE VRIES

bemerkt dass der Unterschied in der Vulkanisationsgeschwindigkeit zwischen Sheet und Crepe in den letzten Jahren, wenigstens so viel Java anbelangt, verschwunden ist, wie aus den von der Central Rubberstation (Buitenzorg) publizierten statistischen Daten hervorgeht. Die Ursache ist einerseits das älter werden der jüngeren Plantagen, wo vorwiegend Sheet bereitet wurde. Daraus folgt, dass der Unterschied zwischen Sheet und Crepe in früheren Jahren nur zum Teil durch Zersetzung von Serumbestandteilen (Maturation), zum Teil aber durch unveränderte Serumbestandteilen verursacht wurde, was auch für den Analytiker Interesse haben dürfte.

Zweitens möchte Dr. de Vries auf die Bemerkung zurückgreifen, dass die Eiweisse im Latex bei der Koagulation eine voranstehende Rolle spielen. Diese Meinung findet man sehr oft, fast ausschliesslich, in der Literatur; es ist aber soviel er weiss nur eine Annahme, für welche kein Beweis geliefert worden ist. Vor einigen Jahre hat er eine andere Theorie verfochten, nämlich, dass die Säure-Koagulation eine Abladung der negativ geladenen Kautschukpartikeln ist, wie auch in anderen Suspensionen. Einen Beweis dafür hat er zu bringen versucht, indem er zeigte, dass man durch überschüssige Säure den Latex umladen kann und so ein zweites flüssiges Gebiet erreicht. Einen weiteren Beweis sieht er darin, dass die Koagulationserscheinungen im grossen und ganzen unverändert bleiben, wenn man den Eiweissgehalt erniedrigt, z. B. durch Zentrifugation, wodurch der Stickstoffgehalt des Kautschuks auf ein Drittel herabgesetzt wird, oder durch langmonatige Behandlung mit Lauge, wodurch der Stickstoffgehalt zu sehr niedrigen Werten zurückgedrängt wird.

Prof. Dr. SCHLÄPFER

fragt, ob es Votr. wirklich gelang bei der Bestimmung die Asphaltstoffe mit Fullererde scharf abzutrennen; erhält man reproduzierbare Resultate? Bei anderen Arbeiten zur Bestimmung der Asphaltstoffe stiess Prof. S. auf erhebliche Schwierigkeiten beim Arbeiten mit Fullererde. Die Untersuchungen wurden bekannt gemacht; er bemerkt hier aber, dass bei der Auswertung der Resultate eine gewisse Vorsicht nötig ist.

Prof. KINDSCHER

dankt Dr. de Vries für die gemachten Mitteilungen, die zeigen, dass die in der neuen Kautschuk-Literatur gemachten Angaben nicht einheitlich sind.

Prof. SCHLÄPFER

teilt Votr. mit, dass man bei Kautschuk-Analysen meist nur mit amerikanischem Bitumen zu tun hat und dadurch mit dem Kieselgurverfahren genügend genaue Resultate zu erreichen sind. Die Kautschuk-analyse ist sehr schwierig und man soll mit einem angenäherten Resultat schon zufrieden sein.

KRITISCHE ÜBERSICHT ÜBER DIE GEBRAUCHLICHEN METHODEN DER MECHANISCH-TECHNOLOGISCHEN KAUTSCHUCKPRÜFUNG HINSICHTLICH IHRER EIG- NUNG ZU STOFFKUNDLICHER FORSCHUNG UND PRAK- TISCHER AUSWERTUNG

von

PROF. A. SCHOB

Abteilungs-Vorstand im Staatl. Materialprüfungsamt, Berlin

Die technische Materialprüfung und die sogenannte exakte stoffkundliche Forschung werden oft in einen Gegensatz zu einander gebracht. Es bestehen natürlich Unterschiede zwischen beiden Richtungen, aber es ist m. E. durchaus falsch, solche Unterschiede zu Gegensätzen herauszuarbeiten, z. B. wenn die Materialprüfung der wissenschaftlichen Erkenntnis vorauseilend, irgend welche Massstäbe schaffen muss, um die wichtigsten Stoffeigenschaften zahlenmässig erfassen zu können; dabei kommt es in erster Linie darauf an, die Reproduzierbarkeit eines Massstabes mit einer für technische Zwecke ausreichenden Genauigkeit sicherzustellen. Auch auf dem Gebiete des Kautschuks und speziell des Weichgummis machen sich diese beiden Richtungen, die ich kurz als die physikalische und die technische bezeichnen möchte, bemerkbar, verstehen und befruchten sich aber mehr und mehr gegenseitig.

Ich will nun auf die Methoden selbst eingehen, wobei es mir immer nur auf das Wesentliche ankommt. Ich werde schon mit Rücksicht auf die mir zur Verfügung stehende Zeit nicht vollständig sein können und will es auch gar nicht; denn das würde schliesslich auf eine oberflächliche Vorführung einer Reihe von Lichtbildern der verschiedenen Prüfapparate hinauslaufen. Ich werde auch nur von dem Verfahren als solchen sprechen, ohne Namen der Forscher oder der Konstrukteure von Apparaten zu nennen.

Ähnlich wie auf anderen Gebieten der Stoffkunde hat man auch beim Kautschuk in der grossen Zahl der Möglichkeiten forschend und prüfend naturgemäss an den Punkten begonnen, die am wichtigsten erschienen und versuchstechnisch am leichtesten zu bewältigen waren. Vergewärtigt man sich einmal kurz die möglichen Richtungen, nach denen ein Stoff untersucht werden muss um ihn richtig zu kennen, so kommt erst recht zum Bewusstsein, wie lückenhaft unsere Kenntnisse allein der mechanischen Stoffeigenschaften sind. An Beanspruchungs-

arten kommen Zug, Druck, Biegung und Verdrehung in Frage und zwar einmalig oder wiederholt, wobei der Einfluss der Geschwindigkeit gerade bei einem Stoff wie Kautschuk eine ungeheure Rolle spielt. Bei wiederholten Beanspruchungen ist nicht nur die Geschwindigkeit, sondern auch die Höhe der Beanspruchung massgebend, sodass sich allein schon daraus für möglichst vollständige Studien an einer einzigen Mischung eine sehr grosse Zahl von Versuchsreihen ergibt. Ein weiterer sehr wichtiger Faktor ist die Änderung der mechanischen Eigenschaften mit der Temperatur. Alle die vorgenannten Beanspruchungsarten müssen also nicht nur bei gewöhnlicher Temperatur, sondern auch bei einer Reihe höherer oder niedrigerer Temperaturstufen durchgeführt werden. Und schliesslich ist bei allen Versuchen, die man mit Kautschuk anstellt, die bekannte, verhältnismässig rasche Änderung seiner Eigenschaften in Abhängigkeit von der Zeit, also seine Neigung zu raschem Altern, in Betracht zu ziehen, ganz abgesehen davon, dass wechselnde Verhältnisse hinsichtlich Herkunft und Aufbereitung des Rohkautschuks auch die mechanischen Eigenschaften beeinflussen.

Unter den verschiedenen Arten der Beanspruchung: Zug, Druck, Biegung und Verdrehung hat die Zugbeanspruchung weitaus die grösste Bedeutung als Massstab zur Bewertung von Weichgummi gewonnen. Die Methodik des Zugversuchs mit Weichgummi wird durch die ungewöhnlich grosse Dehnbarkeit dieses Stoffes entscheidend beeinflusst, insbesondere müssen die daraus entstehenden Schwierigkeiten der Proben-Einspannung überwunden werden. Eine Lösung dafür ist bekanntlich in der Weise gefunden, dass man an Stelle streifen- oder stabförmiger Proben Ringe anwendet; damit alle Teile des Ringes möglichst gleichmässig gedehnt werden, wandert er während der Dehnung über sich drehende Einspannrollen. Bei dieser Anordnung kann die Dehnungsmessung in einfachster Weise durch Messung der Entfernung der Einspannrollen erfolgen, wodurch auch eine selbsttätige Aufzeichnung des Lastdehnungsschaubildes möglich wird. Die Ringprobe wurde bei ihrer Einführung vor etwa 20 Jahren zum Teil heftig bekämpft, hauptsächlich mit dem Einwand, dass beim Langstrecken des ursprünglich kreisrunden Ringes keine reine Zugbeanspruchung herrsche; ausserdem träten in den jeweils auf den Rollen liegenden Teilen des Ringes zusätzliche Beanspruchungen auf. Beide Einwände sind an sich richtig, nur trifft die dabei gemachte stillschweigende Voraussetzung nicht zu, dass nämlich zusätzliche Nebenspannungen bei stab- oder streifenförmigen Proben nicht vorkämen. Diese zusätzlichen Beanspruchungen von der Einspannung her sind bei sehr dehnbaren Materialien an Stäben sogar grösser als an Ringen. Reine Zugbeanspruchung ist also auch bei streifenförmigen Proben versuchstechnisch sehr schwer zu verwirklichen; man müsste vor allem sehr lange Probekörper benutzen. Selbstverständlich empfehle ich die Ringprobe nicht als ausschliessliche Probe, denn es gibt genug Einzelfälle, in denen sie nicht anwendbar ist, weil das Probematerial in solchen Formen und Abmessungen vorliegt, dass Ringe überhaupt nicht oder nicht in brauchbaren Abmessungen entnommen werden können. Auch für Versuche bei tiefen Temperaturen, bei denen der Kautschuk anfängt hart zu werden, ist selbstverständlich die

Ringprobe ungeeignet, es treten aber bei solchen nur mit Kältebädern durchführbaren Versuchen zugleich die mit der Stabform verbundenen Schwierigkeiten der Dehnungsmessung besonders deutlich hervor.

Schon längst hat man erkannt, dass der Zugversuch nur sehr unvollkommen ausgewertet würde, wenn man sich auf die Angabe von Zerreißlast und Zerreißdehnung beschränkte; denn zu diesem Endpunkt der Lastdehnungskurve kann man auf sehr verschiedenen Wegengelingen, d.h. der Charakter des ganzen Lastdehnungsschaubildes kann bei zwei verschiedenen Proben durchaus verschieden sein, ohne dass Zerreißlast und Zerreißdehnung von einander abzuweichen brauchen. Man hat verschiedentlich versucht, die Zugdehnungskurve durch mathematische Formeln wiederzugeben. Eine Formel, die auch nur die meist vorkommenden Variationen infolge von Verschiedenheiten der Mischungen und der Vulkanisationen erfasst, dürfte aber kaum zu finden sein und würde jedenfalls so kompliziert sein, dass die deskriptive Methode weitaus einfacher und auch fruchtbarer bleiben wird. Aber auch ohne analytische Formel für die ganze Kurve hat man versucht Beziehungen zwischen der Zugdehnungskurve und anderen Versuchsarten, besonders dem später noch zu besprechenden Zermürbungsversuch zu finden. Welchem Teil der im allgemeinen doppelt gekrümmten Kurve dabei die Hauptbedeutung beizumessen ist, darüber gehen die Meinungen auseinander. Erscheint die Aufnahme und Diskussion der ganzen Lastdehnungskurve zu umständlich, so kann man — wie das vielfach geschieht — auch einen bestimmten Ordinaten- oder Abscissenpunkt als Vergleichspunkt festlegen. Gewöhnlich nimmt man hierzu mit Recht eine konstante Dehnung als Vergleich und gibt die zu dieser Dehnungsstufe gehörigen Belastungen an. Für derartige Massstäbe sind teilweise besondere Benennungen eingeführt worden. Eine Vereinheitlichung ist natürlich sehr zu wünschen. Ich knüpfe hieran noch eine kurze Bemerkung über den Elastizitätsmodul. Dieser Begriff ist nicht anschaulich und wird, wahrscheinlich gerade deshalb, sehr häufig falsch angewendet. Viel anschaulicher ist der reziproke Wert des Elastizitätsmoduls, der gewöhnlich mit α bezeichnete Dehnungskoeffizient. Wenn man von *einem* Elastizitätsmodul spricht, so müssen nicht nur innerhalb seines Geltungsbereiches die Formänderungen vollkommen elastisch verlaufen, sondern es muss auch Proportionalität zwischen Dehnungen und Belastungen bestehen; beides ist bei Weichgummi nicht der Fall.

Druck-, Biege- und Verdrehungsversuche mit Weichgummi werden als reine Materialprüfung kaum ausgeführt, dagegen werden sie bei der Kontrolle fertiger Stücke in besonderen Fällen angewandt. Auf Druckbeanspruchung beruhen noch die Plastizitätsmessungen an Rohkautschuk und unvulkanisierten Mischungen. Eine Abart des Druckversuches, der Eindruckversuch wird als Härtemassstab häufiger benutzt. Einheitlichkeit besteht auch hier noch nicht; teilweise wird der Eindruckversuch in Anlehnung an die bei Metallen übliche Brinellprobe mittels einer Kugel ausgeführt, teilweise mit einem spitzen Kegel.

Das elastische Verhalten kann man nicht nur bei Gummi, sondern ganz allgemein einmal durch die sogenannte bleibende Dehnung (besser: den Dehnungsrest),

das andere Mal durch eine Arbeitsgrösse ausdrücken. Beide Massstäbe werden auch bei der Weichgummiprüfung praktisch benutzt: Die Messung der bleibenden Dehnung beim Streckversuch, die Messung des Verhältnisses der zurückgewonnenen Arbeit zur aufgewendeten Arbeit bei der Aufnahme der Hysteresisschleife und bei den verschiedenen Ausführungsformen des Rückprallversuches. Beim einfachen Zugversuch unterliegen Probenform und -Abmessungen sowie die Geschwindigkeit der Last- oder Dehnungssteigerung einer willkürlichen Festsetzung. Bei der Elastizitätsmessung muss sich die Konvention schon auf mehr Punkte erstrecken, wenn man vergleichbare Ergebnisse erzielen will: Beim Streckversuch muss man das Mass der Streckung und ihre Dauer festsetzen, ferner die Zeitabstände nach der Entspannung, an denen der Dehnungsrest, der ja wieder eine Funktion der Zeit ist, gemessen wird. Ebenso muss beim Hysteresisversuch der Höchstpunkt der Beanspruchung festgelegt werden, wobei es an sich gleichgültig ist, ob man den Versuch, auf immer gleichgehaltene Dehnung oder immer gleichgehaltene Belastung abstellt; die Versuchsgeschwindigkeit muss der des einfachen Zugversuchs entsprechen, wenn eine Beziehung zu ihm sichergestellt sein soll. Bei der Prüfung auf Stosselastizität müssen die Abmessungen der Probekörper und die Grösse der Stossenergie festgelegt werden. Es ist aber auch nicht gleichgültig, ob die Stossenergie durch eine grosse Masse mit kleiner Geschwindigkeit oder umgekehrt, durch eine kleine Masse mit grosser Geschwindigkeit dargestellt wird.

Bei der Bedeutung, die mit Recht dem Zugversuch beigemessen wird, liegt es nahe, auch wiederholte Beanspruchungen durch Zugkräfte auszuüben, und das ist auch vielfach geschehen. Wenn noch wenig vergleichbares Zahlenmaterial vorliegt, so ist der Grund der gleiche wie bei den einfachen Hysteresisversuchen, nämlich die Freiheit in der Wahl der Amplitude und der Frequenz der Schwingung; denn wiederholte Beanspruchung ist ein Schwingungsvorgang. Eine besondere Art der Arbeitsprobe ist der Zermürbungsversuch, dessen Ausführungsform eine Kugel von 30 mm Durchmesser vorsieht, die unter gleichbleibender Belastung in einer kreisförmigen Rinne so lange umläuft, bis sie infolge innerer Zermürbung aufplatzt. Die modernen hochwertigen Weichgummimischungen haben Veranlassung gegeben, die Belastung der Kugel, die vorher 50 kg betrug, bis auf 75 kg zu erhöhen, wobei zu bemerken ist, dass die Zahl der Umläufe, die die Kugel aushält, nicht einfach umgekehrt proportional der Belastung ist, sondern erheblich rascher abnimmt. Ich habe in Aussicht genommen, den Zermürbungsprüfer mit einer Vorrichtung zur Messung des Drehmomentes auszurüsten, damit auch der Energieverbrauch der Probe gemessen werden kann.

Man möchte annehmen, dass der Zermürbungsversuch auch einen genügenden Anhaltspunkt für die Eigenschaften bietet, die man als Kerbzähigkeit zu bezeichnen pflegt; das ist aber leider nur sehr bedingt der Fall. Man bedarf daher eines Versuchsverfahrens, das die Kerbzähigkeit unmittelbar zu bestimmen gestattet. Die einfachste Form ist, eine Zugprobe vor dem Versuch mit einer oder mehreren Kerben zu versehen. Derartige Proben sind ausgeführt. Die bisherigen Ausführungsformen sind aber m. E. noch nicht befriedigend. Es kommt darauf an, dass der künst-

lich ausgeführte Anfangskerb vor dem eigentlichen Versuch in die natürlichen Spaltflächen fällt. Das kann dadurch geschehen, dass man eine etwas grössere Platte an einer oder mehreren Stellen des Randes einkerbt, und durch Einreissen von Hand zunächst den Kerb nach den Richtungen der natürlichen Spaltflächen weiter entwickelt. Aus der so vorbereiteten Probe sind dann die endgültigen Proben so zu entnehmen, dass eine eindeutige und reproduzierbare Versuchsausführung entsteht.

Ein besonders schwieriges Kapitel sind die Abnutzungs- oder Abschleifversuche, nicht nur bei Kautschukmaterialien sondern bekanntlich allgemein in der Materialprüfung. Zu all den Schwierigkeiten der geeigneten Wahl der Probenform, des Anpressungsdruckes, der Geschwindigkeit kommt noch hier die Wahl des Körpers, der schleifend auf die Probe wirkt. Einerlei, welchen Stoff und in welcher Form man einen Stoff als Schleifmittel wirken lässt, es wird immer sehr schwierig sein die Versuchsbedingungen mit ausreichender Genauigkeit zu reproduzieren. Da der nächste Vortrag eine ausführlichere Behandlung der Abnutzungsversuche bringen soll, will ich meinerseits nicht weiter darauf eingehen.

Ebenfalls auf das Zusammenwirken zweier Körper abgestellt, wenn auch in ganz anderer Art wie beim Abschleifversuch, ist die Haftfestigkeitsprobe von gummierten Geweben gegeneinander, wie auch einer Gummideckschicht gegen das Einlagegewebe. Wenn auch dieser Versuch in der Mehrzahl der Fälle an verschiedenen gestalteten Fertigwaren ausgeführt wird wie z.B. an Schläuchen mit Einlage und an Luftreifendecken, so lässt er sich doch nahezu vereinheitlichen und ist daher als Materialprobe in einer eigens dazu hergestellten Normalprobe ausführbar.

All die genannten Versuchsarten sind, bei gewöhnlichen Temperaturen ausgeführt, schon wertvolle Hilfsmittel nicht nur für die praktische Materialprüfung sondern auch für die stoffkundliche Forschung; aber sie bilden immerhin nur einige mehr oder weniger willkürlich gewählte Punkte in dem kontinuierlichen Raum, der die Möglichkeiten mechanisch-technologischer Versuche darstellt. Die Vermehrung der Punkte durch gleichartige, die aber auf anderen Temperaturebenen liegen, wie auch durch Variation der Beanspruchungsgeschwindigkeiten und -Intensitäten ist durchaus notwendig, und an Erkenntnis dieser Notwendigkeit fehlt es weder bei Forschern noch bei Materialprüfungstechnikern; aber die oft schon bei Raumtemperatur schwierige Versuchsmethodik wird noch viel schwieriger, wenn von der Raumwärme mehr oder weniger abweichende Versuchstemperaturen eingehalten werden müssen. Fortschritte in dieser Richtung erfolgen daher nur langsam.

Eigentlich nicht hierher gehören die Methoden, die eine künstliche Alterung bezwecken. Da aber die durch Alterung (ob künstlich oder natürlich ist dabei einerlei) hervorgerufenen Veränderungen des Kautschuks sich im allgemeinen am deutlichsten und auch am störendsten in der Veränderung seiner mechanisch-technologischen Eigenschaften ausdrücken, werden zur Feststellung des Alterns auch die mechanisch-technologischen Prüfverfahren in erster Linie benutzt und

deshalb mögen die künstlichen Alterungsverfahren auch in diesem Zusammenhang erwähnt sein. Man möge irgend ein Verfahren der künstlichen Alterung anwenden, einen Verlauf der Änderungen des Stoffes völlig analog der natürlichen Alterung wird man nie erwarten dürfen, weshalb jedes Verfahren der künstlichen Alterung im Grunde ebenso wie die mechanisch-technologischen Versuche und auch die chemische Analyse oder auch die Feststellung irgend welcher physikalischen Eigenschaften eine indirekte Methode ist hinsichtlich der Beurteilung eines Stoffes, ob er sich unter bestimmten Bedingungen im Gebrauch bewähren wird. Wirklich direkt ist nur der praktische Gebrauch selbst und das Urteil kommt post hoc, also zu spät um für den Fall selbst noch irgend welche Bedeutung zu haben. Alles andere ist eben nur indirekt, d. h. man folgert daraus, dass zwei Stoffe, welche bei der Prüfung mittels einer oder mehrerer der angeführten Methoden sich übereinstimmend verhalten, sich unter den gleichen Betriebsverhältnissen ebenfalls übereinstimmend verhalten werden. Das wird aber nur dann zutreffen, wenn durch die Prüfung alle für das praktische Verhalten massgebenden Faktoren erfasst werden, was aber immer nur mit mehr oder weniger genauer Annäherung der Fall sein wird; denn alle Eigenschaften können prüftechnisch nicht erfasst werden, und ob man die wesentlichen erfasst hat, kann immer nur an Hand praktischer Erfahrungen entschieden werden. In Zeiten rascher und vielseitiger Entwicklung hinsichtlich Vorbehandlung des Rohmaterials, wesentlicher Änderungen in den Beimischungen nach Art und Menge (hochdisperse Füllstoffe, Beschleuniger, Antioxydantien usw.) fehlen die unerlässlichen praktischen Erfahrungen mit den neuen Materialien, und der Materialprüfungspraktiker muss seine Methoden, die ihm die Mittel der Diagnose sind, besonders kritisch betrachten, wenn er aus ihnen genügend zuverlässige Anhaltspunkte gewinnen will, um seine vornehmste Aufgabe zu lösen, nämlich die Prognose über das Verhalten eines Stoffes im Betriebe mit genügend hoher Wahrscheinlichkeit zu stellen.

DISKUSSION

E. NORLIN, Stockholm,

bestätigt im Anschluss an den Vortrag von Prof. Kindscher, dass die letzten Fortschritte der Kautschuktechnik den Chemikern erhebliche Schwierigkeiten bereitet haben. Bei der Aufstellung von Lieferungsvorschriften für elektrische Leitungen, welche neulich in Schweden ausgearbeitet worden sind, musste bei Feststellung der Grenzen für Azetonextrakt usw. Rücksicht genommen werden auf die neuen Zusatzstoffe; Vulkanisationsbeschleuniger, Antioxydationsmittel und Plastizierungsmittel. Durch das Fehlen von umfangreicheren Bezugsdaten musste man mit grosser Vorsicht voranschreiten. Da Prof. Schob die Abnutzung sehr kurz behandelte und der Vortrag von Breyer und Depew, C. 11, nicht gehalten wird, werden vielleicht einige Erfahrungen von Interesse sein, die bei den Arbeiten auf diesem Gebiete im Materialprüfungsamt Stockholm gemacht wurden. Es wird darauf verzichtet werden die Konstruktion der Apparate zu beschreiben. Um Fehlern vorzubeugen und reproduzierbare Resultate zu erhalten, müssen folgende Anforderungen eingehalten werden.

1. Der Probekörper soll während der Abnutzung nicht nur eine Richtung der Relativbewegung gegen die abnutzende Schleifanordnung haben, sondern zugleich eine Querbewegung, senkrecht zur Abschleifrichtung, ausführen, um kleine Rillen oder Risse auf der Oberfläche zu vermeiden.

2. Die Produkte der Abnutzung sollen während des Versuches entfernt werden, z.B. mit einem Vacuum Cleaner.

3. Das Schleifmedium soll möglichst gleichmässig sein so z.B. das Gewebe von Schmirgeltuch. Das eigentliche Schleifmittel Schmirgel soll konstante Härte, Korngrösse und Form haben. Das Leimen muss mit einer Leimlösung bestimmter Konzentration, Klebkraft und Viskosität vorgenommen werden. Der Leim soll genauen Anforderungen entsprechen.

Eine vergleichende Untersuchung ist im Gange, wobei Kautschukplatten verschiedener Herkunft und Herstellungsweisen mit anderen Materialien auf den Stufen der Haupttreppe einer Kaserne angebracht worden sind. Die Abnutzung wird mit den im Laboratorium erzielten Versuchsergebnissen verglichen. Hierbei sind sehr gute und interessante Resultate erhalten worden. Für spezielle Zwecke z.B. für Laufflächen von Fahrrad- und Automobilmänteln haben die Untersuchungen bestimmte Anhaltspunkte geliefert, die es ermöglicht haben die Herstellung nach verbesserten Methoden durchzuführen, welche sich der Praxis mehr anpassen.

Dr. v. ROSSEM, Delft

Warum werden die Kugeln, welche bei der Zermübnungsprobe benutzt werden, geschliffen, statt geformt und vulkanisiert? Ist das Schleifen nicht viel umständlicher?

Prof. SCHOB

Bei Vulkanisation der Kugeln in einer Form ist genaue Kugelform nicht zu gewährleisten, ausserdem sind die Vulkanisationsbedingungen unübersichtlich. Das Schleifen ist nicht schwierig. Eine Kugel ist bei einiger Übung in ungefähr 8 Minuten herzustellen. Der Kautschuk wird zuerst mit einem Messer vorge schnitten, dann auf der Stirnfläche einer gewöhnlichen Schmirgelscheibe auf Kugelform gebracht, und schliesslich in einer halbkugelförmigen Schmirgelhohlscheibe geglättet.

RAPPORT SUR LES ESSAIS DES FIBRES ISOLANTES ENTRANT DANS LA CONSTITUTION DES JOINTS ISO- LANTS POUR CIRCUITS DE VOIE

par

G. GILLES

Ing. Principal des Chemins de fer du Midi. Toulouse

La Compagnie des Chemins de fer du Midi utilise de nombreux joints isolants de rails, en particulier pour le bloc automatique (elle possède actuellement 655 kilomètres de double voie équipés en bloc automatique) Les pièces de fibre employées dans la confection de ces joints de provenance américaine ont généralement donné satisfaction, mais la Compagnie a éprouvé des déboires toutes les fois qu'elle a essayé d'utiliser des fibres souvent d'ailleurs relativement bon marché et paraissant cependant au premier abord aussi dures que les fibres américaines. Ces fibres de qualité médiocre, au bout de très peu de temps de séjour dans la voie, étaient mises hors service; elles se détrempeaient rapidement par temps de pluie et ne présentaient plus ni résistance mécanique ni isolement électrique suffisants.

La Compagnie du Midi s'est alors préoccupée de rechercher les conditions à imposer pour la fourniture de telles fibres; l'expérience faite en service courant des fibres qui lui avaient été proposées par différents fournisseurs, montrait nettement que l'essai primordial à imposer aux fibres devait être un essai d'absorption d'eau au bout d'un certain temps d'immersion.

La question fut étudiée dans ce sens et des essais furent entrepris avec les fibres fournies par différentes maisons françaises et étrangères, dans le but de se rendre compte des conditions qu'on pourrait raisonnablement imposer aux fournisseurs.

Pour ces études, on s'inspira des projets de spécification publiés dans la revue „Railway Signal Engineer” en Mars 1920 et en Août 1922, en faisant porter les études sur des échantillons d'épaisseurs usuelles: 3 m/m et 5 m/m employés par notre Compagnie et en ramenant les dimensions des échantillons à des valeurs conformes au système métrique.

Les essais furent effectués avec des machines normalement usitées par notre Compagnie pour l'essai des ciments et mortiers hydrauliques, savoir:

une machine Michaëlis pour les essais de rupture,

une machine à essayer à la compression système Guillery, pour les essais de compression et d'écrasement.

On crut bon en effet de compléter les essais par des essais de compression jusqu'à écrasement; il est hors de doute que les parties du joint isolant dites „end post" peuvent être soumises à des efforts importants lorsque les rails arrivent à tamponner si des espaces suffisants n'ont pas été réservés entre eux pour la libre dilatation.

En outre, on mesura les surépaisseurs acquises par les fibres après absorption d'eau.

La quantité d'eau absorbée dépend à la fois de la durée d'immersion et des dimensions des échantillons et, bien entendu, de la nature des échantillons.

On donne en annexes au Compte-rendu des essais la spécification „B" publiée dans le Railway Signal Engineer de Mars 1920, la spécification fournie par la maison „L'Electro-Isolant" ainsi qu'un exemplaire du Cahier des Charges adopté à la suite de ces essais par la Compagnie du Midi pour la fourniture des fibres.

En outre des essais sur les fibres dures, nous rendons compte de quelques essais effectués sur des matériaux proposés pour constituer des joints isolants et consistant en carton bakérisé ou bien en toile bakérisée ou imprégnée de résine synthétique.

D'une manière générale, les matériaux bakérisés ou imprégnés de résine synthétique semblent ne subir pratiquement aucune influence sensible du fait de l'humidité, au contraire des fibres qui peuvent absorber une forte proportion d'eau; par contre, ces matériaux sont beaucoup plus cassants et on peut se demander s'ils sont bien indiqués pour des joints qui comportent des cornières comme le joint Weber, par exemple, ces matériaux paraissant peu propres à résister à la rupture par cisaillement ou torsion.

Il semble aussi obligatoire que les pièces isolantes fabriquées avec les matériaux de cette nature qui ne seraient pas planes soient mises en forme avant bakérisation à l'étuve, alors que les pièces en fibre actuelles sont fabriquées toujours en partant de planches de fibre, ramollies légèrement par immersion dans l'eau chaude avant mise en forme dans les presses.

Ces joints isolants en matière bakérisée sont naturellement beaucoup plus coûteux que les joints en fibre; la Compagnie du Midi poursuit actuellement des essais pratiques pour examiner comment ils se comportent dans les voies.

La littérature technique donne très peu de détails sur le sujet complexe dont s'occupe le présent rapport: c'est ainsi que la Revue Générale de l'Electricité publie des notices de Documentation indexées suivant la classification décimale; parmi la dizaine de milliers de fiches déjà classée, je n'ai trouvé aucune fiche se rapportant à la fibre qui est pourtant un matériel d'usage courant en Electro-technique.

D'autre part, les fabricants semblent peu désireux de donner des indications sur leurs procédés de fabrication ainsi que sur les matières qu'il ajoutent à la sicure de bois (cellulose) qui constitue presque intégralement la matière première de la fibre; tant qu'une collaboration étroite ne sera pas établie entre fabricants et utilisateurs, on ne peut guère espérer prédéterminer les résultats à attendre d'une modi-

fication des constituants, et parvenir à une connaissance aussi complète que celle qu'on a pu acquérir dans des matériaux tout aussi complexes et mettant en jeu un grand nombre de variables indépendantes, comme par exemple les mortiers et bétons.

Nous proposons donc que le Congrès international émette un vœu pour préconiser cette collaboration, les utilisateurs ayant intérêt à connaître la composition et le mode de fabrication des fibres qu'ils emploient pour poursuivre les études sur ce sujet.

COMPTE-RENDU DES ESSAIS EFFECTUÉS SUR LES ISOLANTS EN FIBRE EMPLOYÉS DANS LES CIRCUITS DE VOIE

Certains isolants en fibre employés dans les circuits de voie du bloc automatique ayant donné des résultats très insuffisants au point de vue de la durée, il a été procédé à des essais en vue de déterminer les données auxquelles devaient satisfaire les fibres utilisées dans les voies.

Parmi les indications recueillies dans les journaux américains ou fournies par une maison française „L'Electro-Isolant”, la spécification B contenue dans le Railway Signal Engineer de Mars 1920 a paru la plus complète et a été appliquée dans les essais. Toutefois, certains résultats fournis par la Maison „l'Electro Isolant” ont été également retenus pour servir de termes de comparaison. Les fibres sur les quelles ont porté les essais ont été au nombre de 4 respectivement désignées :

F 1 — F 2 — F 3 — F 4

Ces essais ont consisté en essais à l'absorption après 6 heures, 24 heures, 72 heures et 144 heures d'immersion dans l'eau, en essais à l'extension, à la compression et à l'écrasement.

Les dimensions des pièces soumises à l'absorption étaient de :

20 m/m × 20 m/m; 25 m/m × 25 m/m; 40 × 40 m/m et 101 m/m × 127 m/m

Les dimensions des pièces soumises à la compression avaient 40 m/m de côté et celles destinées à l'écrasement 20 m/m de côté. Les pièces soumises à l'extension étaient découpées suivant la forme adoptée pour les éprouvettes de ciment ¹⁾ avec section de rupture plus rétrécie de façon à pouvoir se rompre sous les charges utilisées dans les essais de ciment. La section rétrécie était de 8 m/m de largeur pour les fibres de 3 m/m d'épaisseur et de 6 m/m de largeur pour les fibres de 5 m/m.

Les tableaux ci-dessous donnent le résultat des essais effectués comparés aux chiffres donnés par la spécification B ou celle de „l'Electro-Isolant.”

¹⁾ On utilisait en effet pour les essais des machines servant normalement à l'essai des ciments et mo

ESSAIS À L'ABSORPTION. Fibre de 3 m/m

Maximum d'eau absorbée en % après une immersion de:

	6 heures			24 heures				Spécification B
	F. 1	F. 2	F. 3	F. 1	F. 2	F. 3	F. 4	
20 m/m × 20 m/m	11 %	19,8%	14,6 %	31,6%	40,3%	35%		
25 m/m × 25 m/m	11,50%	14,6%	12,45%	31,3%	35,4%	34,20%		
40 m/m × 40 m/m	11,95%	15,7%	12,15%	32%	37%	32,80%		
101 m/m × 127 m/m	11,90%	14,5%	11,80%	30%	35,3%	30,80%	42,58%	28,5%

	72 heures					144 heures				
	F. 1	F. 2	F. 3	F. 4	Spécification B	F. 1	F. 2	F. 3	F. 4	Spécification B
20 m/m × 20 m/m	43,5%	45,5%	43,7%			46,5%	47,3%	46%		
25 m/m × 25 m/m	42%	42,5%	43,5%			46%	43,8%	42,5%		
40 m/m × 40 m/m	45%	45,3%	43,2%			49%	47,5%	45,7%		
101 m/m × 127 m/m	44%	44,3%	42,3%	49,68%	38,5%	48,3%	47,5%	44,6%	52,11%	40,6%

ESSAIS À L'ABSORPTION. Fibre de 5 m/m

Maximum d'eau absorbée en % après une immersion de:

	6 heures		24 heures			
	F. 2	F. 3	2 F.	3 F.	4 F.	Spécification B.
20 m/m × 20 m/m	7,3 %	7,87%	17,4 %	19,90%		
25 m/m × 25 m/m	7,25%	9 %	19%	21,3 %		
40 m/m × 40 m/m	7,3 %	8,65%	16,75%	18,80%		
101 m/m × 127 m/m		7,47%	„	15,80%	36,63%	15,5%

	72 heures				144 heures			
	F. 2	F. 3	F. 4	Spécification B.	F. 2	F. 3	F. 4	Spécification B.
20 m/m × 20 m/m	35%	34,5 %			40,7%	40%		
25 m/m × 25 m/m	36,9%	37,6 %			42,5%	43,3%		
40 m/m × 40 m/m	34,5%	36,1 %			41,2%	42,3%		
101 m/m × 127 m/m	„	32,40%	48,35%	30,1%	„	39,5%	53,59%	35,6%

ESSAIS D'ABSORPTION

	Poids à sec.	Poids après immersion de 6 heures	Augmentation de poids.
Maximum indiqué par la spécification de l'Electro-Isolant (25 m/m × 25 m/m)			0 gr 67
<i>a.</i> Fibres de 3 m/m:			
Fibre 1	2,78	3,10	0,32
Fibre 2	2,40	2,75	0,33
Fibre 3	2,80	3,16	0,33
<i>b.</i> Fibres de 5 m/m:			
Fibre 2	4,42	4,74	0,32
Fibre 3	4,45	4,85	0,40

Il est à noter que les essais à l'absorption donnés par la spécification B sont effectués sur des échantillons ayant pour dimensions 101 m/m × 127 m/m et comme épaisseur 3 m/m 175, 4 m/m 75 et 6 m/m 35.

L'épaisseur des fibres utilisées dans nos voies étant de 3 m/m et de 5 m/m, c'est sur des échantillons de ces dernières épaisseurs qu'ont été effectués les essais.

La spécification communiquée par l'Electro Isolant indiquait que l'augmentation de poids d'un échantillon de 25 m/m × 25 m/m après 6 heures d'immersion ne devait pas dépasser 0 gr. 67.

Les échantillons de 25 m/m × 25 m/m des diverses Maisons ont donné des augmentations de poids variant de 0 gr. 30 à 0 gr. 40.

2°. ESSAIS À LA COMPRESSION

Ces essais ont été effectués à sec et après 24 heures d'immersion.

Afin de permettre de comparer les résultats avec ceux fournis par la Maison l'Electro-Isolant et ceux de la spécification B, on a appliqué respectivement à l'essai à sec les charges de 15 kgs 60 et de 25 kgs 66 par m/m 2.

La spécification de l'Electro-Isolant ne prévoit pas d'essai après immersion.

Il n'a pas été possible avec la machine dont nous disposions de mesurer l'impression c. à d. la diminution d'épaisseur au moment de l'application de la charge. Cette mesure a été faite au palmer permettant d'apprécier le 1/100 de millimètre immédiatement après avoir retiré l'échantillon de la machine.

Les résultats obtenus ont été résumés sur les tableaux suivants:

ESSAIS DE COMPRESSION

1°. Essais à sec.

A. Fibre de 3 m/m

a. Charge de 15 K° 62 par m/m ² .	Impression en mm.	b. Charge de 25 K° 66 par m/m ² .	Impression en mm.
Maximum indiqué par la spécification de l'Electro Isolant	0 m/m 60	Maximum indiqué par la spécification B	1 m/m 117
Fibre F. 1	0 m/m 25	Fibre 1	0 m/m 76
	0 m/m 35		0 m/m 77
Fibre F. 2	0 m/m 45	Fibre F. 2	0 m/m 50
	0 m/m 40		0 m/m 65
Fibre F. 3	0 m/m 10	Fibre F. 3	0 m/m 40
			0 m/m 35
		Fibre F. 4	0 m/m 35
			0 m/m 40

ESSAIS DE COMPRESSION

1°. Essais à sec

B Fibre de 5 m/m

a Charge de 15 K° 62 par m/m ² .	Impression en mm.	b. Charge de 25 K° 66 par m/m ² .	Impression en mm.
Maximum indiqué par la spécification de l'Electro-Isolant	0 m/m 76	Maximum indiqué par la spécification B	1 m/m 575
Fibre F. 2	0 m/m 17	Fibre F. 2	0 m/m 77
Fibre F. 3	0 m/m 11	Fibre F. 3	0 m/m 70
	0 m/m 23		0 m/m 75
		Fibre F. 4	0 m/m 70
			0 m/m 80

ESSAIS DE COMPRESSION

2°. Essais après 24 heures d'immersion.

a. Fibre de 3 m/m. Charge de 7 kg 032 par m/m ² .	Impression en mm.	b. Fibre de 5 m/m. Charge de 8 kg 438 par m/m ² .	Impression en mm.
Maximum indiqué par la spécification B	1 m/m 676	Maximum indiqué par la spécification B	1 m/m 524
Fibre F. 1	0 m/m 81	Fibre F. 2	1 m/m
	0 m/m 85		
Fibre F. 2	0 m/m 86	Fibre F. 3	1 m/m 17
	0 m/m 95		1 m/m 17
Fibre F. 3	0 m/m 69	Fibre F. 4	1 m/m 65
	0 m/m 77		
Fibre F. 4	écrasement		écrasement

3°. Essais à l'extension.

La spécification B prévoit une résistance minimum de 6 K° 32 par m/m² à l'extension. Celle de l'Electro-Isolant n'envisage pas ce genre d'essai.

ESSAIS À L'EXTENSION

Charge de rupture par Kg. en m/m²

	Epaisseur	1er échantillon	2ème échantillon	3ème échantillon.
Fibre F. 1	3 m/m	3 k. 93	8 k. 75	7 k. 20
	3 m/m	7 k. 60		
Fibre F. 2	4 m/m	8 k. 90	8 k. 79	8 k. 80
	5 m/m	8 k. 90		
Fibre F. 3	5 m/m	9 k. 05	9 k. 25	
Fibre F. 4	3 m/m	6 k. 90	6 k. 00	
	5 m/m	8 k. 20	7 k. 93	
Minimum exigé par la spécification B	3 m/m 175	} 6 k. 32		
	4 m/m 75			
	6 m/m 45			

Un essai à l'écrasement, non prévu dans les spécifications a été effectué sur des échantillons de 20 m/m de côté. Un premier essai a été fait à sec et un autre après 24 heures d'immersion. Ce dernier essai est d'ailleurs assez difficile à réaliser avec la machine dont nous disposons parce que la course du piston était trop grande pour mettre la compression nécessaire sans avoir des fuites au joint.

La charge nécessaire pour écraser la fibre de telle façon qu'elle n'ait plus de cohésion et se brise facilement sous les doigts, a été indiquée sur le tableau ci-dessous :

ESSAIS D'ÉCRASEMENT

1°. Essais à sec.

a. Fibre de 3 m/m

b. Fibre de 5 m/m

	Charge en kg. par mm. ²	Impression en mm.		Charge en Kg. par mm. ²	Impression en mm.
Fibre F. 1 . .	25 k. 75	1 m/m 61	Fibre F. 2 . .	30 k.	2 m/m 12
	22 k. 73	1 m/m 43			
Fibre F. 2 . .	34 k. 500	1 m/m 53	Fibre F. 3 . .	28 k. 41	2 m/m 05
	34 k.	1 m/m 70		31 k. 82	2 m/m 11
Fibre F. 3 . .	36 k. 37	1 m/m 20	Fibre F. 4 . .	30 k.	2 m/m 20
	31 k. 75	1 m/m 35		32 k. 5	2 m/m
Fibre F. 4 . .	33 k.	1 m/m 6			

2°. Essais après 24 heures d'immersion.

Fibre F. 1 . . .	9 k. 09 8 k. 52	2 m/m 1 m/m 75	Fibre F. 2 . . .	12 k. 95	2 m/m 32
Fibre F. 2 . . .	6 k. 14	1 m/m 25	Fibre F. 3 . . .	14 k. 09 12 k. 5	2 m/m 42 2 m/m 22
Fibre F. 3 . . .	7 k. 72 8 k. 41	2 m/m 04 1 m/m 34			

Enfin, la surépaisseur due à l'absorption de l'eau après 24 heures et 144 heures d'immersion a été mesurée et consignée dans les tableaux suivants:

FOISONNEMENT OCCASIONNÉ PAR L'ABSORPTION

1°. Après 24 heures d'immersion.

	Epaisseur à sec.	Epaisseur après immersion	Différence.
<i>a.</i> Fibre de 3 m/m.			
Fibre F. 1	3 m/m 17	3 m/m 97 4 m/m	0 m/m 80 0 m/m 83
Fibre F. 2	3 m/m 15	4 m/m	0 m/m 83
Fibre F. 3	3 m/m 15	4 m/m 14	0 m/m 99
<i>b.</i> Fibre de 5 m/m			
Fibre F. 2	5 m/m 12	5 m/m 83	0 m/m 73
Fibre F. 3	5 m/m 13	6 m/m 17	1 m/m 02

FOISONNEMENT OCCASIONNÉ PAR L'ABSORPTION

2°. Après 144 heures d'immersion.

	Epaisseur à sec.	Epaisseur après immersion	Différence.
Fibre de 3 m/m.			
Fibre F. 1	3 m/m 17	4 m/m 40	1 m/m 23
Fibre F. 2	3 m/m 15	4 m/m 25	1 m/m 10
Fibre F. 3	3 m/m 15	4 m/m 45	1 m/m 30
Fibre F. 4	3 m/m	4 m/m 35	1 m/m 35
Fibre de 5 m/m.			
Fibre F. 2	5 m/m 12	6 m/m 90	1 m/m 78
Fibre F. 3	5 m/m 15	7 m/m 17	2 m/m 02
Fibre F. 4	4 m/m 40	6 m/m 40	2 m/m

En outre des essais précédents effectués sur les fibres dures, quelques autres essais au Laboratoire ont été effectués sur des matériaux proposés pour constituer des joints isolants consistant en carton bakérisé, ou en toile bakérisée ou imprégnée de résine synthétique

1°. Carton Bakérisé

Essai d'absorption.

A été effectué avec un échantillon de 47 m/m \times 59 m/m au lieu d'un échantillon de dimensions normales 100 \times 125 dont on n'a pu disposer.

Pourcentage d'eau absorbée après une immersion de:	24 heures	0,44 %
	72 heures	0,69 %
	144 heures	1,07 %

Essai de compression après 24 heures d'immersion.

Epaisseur de la fibre	4 m/m
Charge en kg par m/m ²	8 k. 5
Impression en m/m	0

Essai à l'écrasement.

Deux échantillons de 20 m/m \times 20 m/m se sont écrasés, l'un sous une charge de 27 kg par m/m², l'autre sous une charge de 25 kg par m/m².

2°. Toile Bakérisée

Essai d'absorption.

Effectué avec un échantillon de 19 m/m \times 49 m/m au lieu d'un échantillon de dimensions normales 100 \times 125 dont on ne disposait pas.

Pourcentage d'eau absorbée après une immersion de:	24 heures	1,46 %
	72 heures	2,2 %
	144 heures	2,56 %

Essais de compression après 24 heures d'immersion.

Epaisseur de la fibre	4 m/m 25
Charge en kg par m/m ²	8 kg 5
Impression en m/m	0 à 01

Un tissu imprégné de résine synthétique proposé par un autre fabricant a donné les résultats suivants:

Essais d'absorption.

Effectué avec un échantillon de dimensions normales 100 \times 125 m/m.

	1er échantillon	2e échantillon
Pourcentage d'eau absorbée après une immersion de:		
24 heures	0,58 %	0,65 %
72 heures	1,17 %	1,40 %
144 heures	1,71 %	1,95 %

Après 144 heures d'immersion, il n'a pas été constaté d'augmentation d'épaisseur sensible due à l'absorption de l'eau.

Essais de compression.

1°. A sec:

	1er échantillon.	2e échantillon.
Impression en m/m	0 m/m 03	0 m/m 06 à 0,20
Charges en kg par m/m ²	25 k.	28 k. 5

(Le 2e échantillon s'est écrasé sur un côté en fin d'expérience).

2°. Après 24 heures d'immersion:

	1er échantillon.	2e échantillon.
Impression en m/m	0	0
Charge en kg par m/m ²	8 k 5	8 k 5

Essais à l'écrasement.

Les 2 échantillons se sont écrasés, l'un avec une charge de 24 kg 6 par m/m², l'autre avec une charge de 26 kg 4 par m/m².

Essais à l'extension.

Les 2 éprouvettes se sont rompues, l'une avec une charge de 6 kg 26 par m/m, l'autre avec une charge de 5 kg 5 par m/m².

ANNEXE I

SPÉCIFICATION „B” SUR LES ISOLANTS EN FIBRE (Extrait du Railway Signal Engineer-Mars 1920)

I. Toutes les surfaces de coupe seront carrées et exemptes de bavures, échardes, éclats et autres défauts. Les extrémités et les coins de toutes les pièces seront coupés ou sciés, à l'exception des trous qui peuvent être percés à l'emporte pièce.

II. Toutes les fibres fournies satisferont aux exigences suivantes:

Épaisseur en pouces			Résistance à l'extension (en livres par pouce carré)	Tension alternative pouvant être appliquée durant 1 minute en volts.	Maximum d'eau absorbée par un échantillon en % à 70° Fahrenheit.		
Nominale	Maxima	Minima			au bout de 24 h.	72 h.	1 44 h.
0,125	0,129	0,123	9000	4000	28,5	38,5	40,6
0,187	0,191	0,186	9000	6000	15,5	30,1	35,6
0,250	0,254	0,246	9000	8000	13,8	27,8	37,8

Essai de compression.

Les dimensions des pièces utilisées pour l'absorption d'eau doivent être de 4×5 pouces.

La dimension des pièces à soumettre à l'essai d'extension doit être telle qu'elles aient une section réduite à 2 pouces de long et 1 pouce de large.

Les dimensions des pièces à soumettre à l'essai de compression directe doivent être de 3×2 pouces.

Le béliet de métal doit avoir sa face portant sur la fibre de dimensions: 1×2 pouces avec coins arrondis à un rayon de $\frac{1}{64}$ de pouce.

La fibre doit satisfaire aux conditions suivantes de résistance dans l'essai de compression, les charges respectives étant appliquées sur la fibre par le béliet dont les dimensions sont indiquées ci-dessus, l'essai étant fait avec la fibre à l'état sec et après une immersion continue de 24 heures dans l'eau.

Épaisseur d'isolant	à sec		après 24 h. d'immersion	
	Impression en pouces	Charge en livres	Impression en pouces	Charge en livres
0.125	0,044	73.000	0,066	20.000
0.187	0,062	73.000	0,06	24.000
0.250	0,053	65.000	0,086	26.000

Nota. L'impression doit être mesurée durant l'application même de la charge.

Propriétés chimiques. — La fibre ne doit pas contenir en poids une quantité de chlorure de zinc ou autres sels électrolytiques plus grande que 0,1 % et la fibre qui contiendra la moindre quantité des dits sels sera préférée.

ANNEXE II

A. R. A. SPÉCIFICATIONS FIXÉES PAR LA SECTION DE SIGNALISATION CONCERNANT LA FIBRE DURE COMMUNIQUÉES PAR LA MAISON „L'ÉLECTRO-ISOLANT”

1. *But.*

La fibre dure est destinée à être employée pour l'isolement du circuit sur les rails, les aiguillages et les tringles de manoeuvre des aiguilles.

2. *Essais.*

Des essais en vue de s'assurer que la fibre remplit les conditions énumérées plus loin, seront effectués à l'usine même où elle est fabriquée.

3. Echantillons pour Essais.

Trois échantillons seront prélevés au hasard par l'acheteur ou son représentant sur chaque lot ou une portion de chaque lot de 25 planches de la même épaisseur.

On découpera à la scie, dans chaque échantillon ainsi prélevé, des morceaux de dimensions déterminées qui ne devront pas présenter de bavures. Si un des échantillons ne remplit pas les conditions requises pour les essais, ceux-ci seront répétés sur deux échantillons supplémentaires pris au hasard parmi différents morceaux du même lot.

Si un ou deux de ces échantillons supplémentaires ne remplissent pas les conditions imposées pour les essais, le lot entier pourra être refusé.

4. Tolérances concernant l'Épaisseur.

a. Pour les planches et les pièces détachées, sauf celles désignées plus loin, les tolérances sont les suivantes:

	Épaisseur spécifiée	Épaisseur Maximum	Épaisseur Minimum.
1	3 m/m 175	3 m/m 429	2 m/m 870
2	4 m/m 760	5 m/m 003	4 m/m 318
3	6 m/m 350	6 m/m 858	5 m/m 842
4	9 m/m 525	10 m/m 033	9 m/m 017

b. Pièces supérieures et pièces inférieures (système spécial employé en Amérique — éclisses en 2 pièces).

	Épaisseur spécifiée	Épaisseur Maximum	Épaisseur Minimum
1	3 m/m 175	3 m/m 378	3 m/m 324
2	4 m/m 760	4 m/m 953	4 m/m 699

c. Les manchons ou tubes ne devront pas comporter une tolérance en + ou en — supérieure à 0 m/m 190 pour le diamètre intérieur et le diamètre extérieur, ce qui correspond à une tolérance de 0 m/m 381. La tolérance maximum pour la longueur est de 0 m/m 793. L'acheteur aura la faculté de faire abaisser le sommet de l'end-post de 3 m/m 175 pour compenser l'effet de l'usure du rail.

5. Densité.

La densité de la fibre ne devra pas être inférieure à 1,3.

6. Essais d'Absorption (hygrométrie).

a. Un morceau d'essai carré de 25 m/m de côté sera pesé et plongé dans l'eau à

la température ambiante d'une pièce. Il en sera retiré 6 heures après immersion, essuyé et pesé immédiatement. L'augmentation de poids ne devra pas dépasser 0 gr. 67.

b. Les manchons ne seront pas soumis à l'essai d'absorption hygrométrique.

7. Essais de Compression.

a. On se servira d'une machine type et le poids sera appliqué par un marteau de presse à section carrée de 12 m/m de côté avec angles arrondis à un rayon de 0 m/m 375 construit de façon à ce que la pression soit également répartie sur toute la surface du marteau. Un morceau carré de 25 m/m de côté sera soumis à une pression initiale de 45 Kg et on prendra comme point de départ l'indication donnée par l'appareil de mesure à ce moment-là. On exercera ensuite une pression de 2.250 Kg. La profondeur de l'affaissement sera calculée en prenant la moyenne des chiffres indiqués par deux appareils de mesure enregistreurs fixés au plateau compresseur de la machine, les échantillons étant placés sur le plateau inférieur, et ne devra pas être supérieure à :

	Epaisseur	Affaissement moyen
1	3 m/m 175	0 m/m 6096
2	4 m/m 760	0 m/m 7620
3	6 m/m 350	0 m/m 9652
4	9 m/m 525	0 m/m 3208

b. Les tubes ne seront pas soumis à un essai de compression.

8. Essai Electrique.

On se servira d'un voltmètre dont les électrodes pointues seront appliquées fortement contre une même face de la fibre avec une distance entr'elles ne dépassant pas 3 m/m 175.

Après un léger grattage de la surface aux points de contact, l'aiguille du voltmètre ne doit pas dévier sous un courant alternatif de 200 volts.

9. Usinage.

Toutes les faces après découpages, devront être exemptes de bavures et autres défauts.

10. Imperméabilisation.

Une matière imperméable acceptée par le client sera appliquée sur la fibre, après que cette dernière aura été réceptionnée par l'Inspecteur.

11. Marque.

Chaque pièce portera le nom du fabricant ou la marque de fabrique clairement indiquée.

12. *Expédition.*

Toutes les pièces seront emballées de façon à ce qu'elles soient à l'abri des intempéries et des avaries au cours de l'expédition. La contenance de chaque colis sera marquée clairement ainsi que le nom du fabricant, le nom du destinataire et le numéro de la commande.

DISCUSSION

M. l'ing. A. R. Matthis, Marcinelle, fait remarquer, que les défauts de la fibre, au point de vue de sa grande hygroscopicité, la font écarter en Électrotechnique.

Il semble, qu'on arriverait à la solution de la question, posée par M. Gilles, en imprégnant la fibre, qui paraît pratiquement supérieure au carton, dans des imprégnants, qui ne lui communiquent pas une fragilité dangereuse.

BAUHOLZ

AUS DEN ERGEBNISSEN DER SEIT 1914 IN DEUTSCHLAND AUSGEFÜHRTEN VERSUCHE MIT HOLZ

von

PROFESSOR OTTO GRAF

Stuttgart

Durch die Versuche von Bauschinger, Tetmayer, Rudeloff, Janka u. a. sind Grundlagen für die Beurteilung der Eigenschaften der in Mitteleuropa zur Verwendung kommenden Hölzer geschaffen worden; sie geben Aufschluss über das Verhalten der Hölzer bei Druck-, Zug- und Biegebungsbelastung; das Schwinden und das Quellen, sowie die Elastizität der Hölzer sind durch zahlreiche Versuche verfolgt worden. Seit dem letzten Kongress sind umfassende Versuche von R. Baumann veröffentlicht worden, die für zahlreiche Hölzer weitergehende Feststellungen über den Aufbau, sowie die Elastizität und Festigkeit bei Druck-, Zug-, Biegebungs-, Schlag- und Verdrehungsbeanspruchung enthalten ¹⁾; auch für die Versuchsdurchführung hat R. Baumann Vorschläge gemacht ²⁾.

Weiter sind von Stamer ³⁾ und vom Berichterstatter ⁴⁾ Versuche veröffentlicht worden, die über die Widerstandsfähigkeit des Holzes quer zur Faser Aufschlüsse bringen. Huber hat Versuche über die Elastizität verschiedener Hölzer bei Verdrehung ausgeführt. Schächterle berichtete über Versuche mit Nadelholz für den Hochbau, sowie über Versuche mit Sperrholz ⁵⁾.

In wichtigen Gebieten der Technik (Wagenbau ⁶⁾, Flugzeugbau ⁷⁾, Gerätebau u. a.) ist eine nutzbringende Anwendung der Ergebnisse zu erkennen; nicht zuletzt

¹⁾ Heft 231 der Forschungsarbeiten auf dem Gebiete des Ingenieurwesens, herausgegeben vom Verein Deutscher Ingenieure, 1922.

²⁾ Vergl. Baumann-Lang, Das Holz als Baustoff, 2. Auflage, 1927.

³⁾ Stamer, Mitteilungen aus dem Materialprüfungsamt Grosslichterfelde, 1920, S. 28 uf.

⁴⁾ Graf, Bauingenieur 1921, S. 498 uf.

⁵⁾ Ingenieurholzbauten bei der Reichsbahndirektion Stuttgart, 1925, S. 97 uf.

⁶⁾ Vergl. z.B. Hawa-Nachrichten, 1921, Jahrgang Heft 5 (Hannoversche Waggonfabrik).

⁷⁾ Vergl. u. a. Weingarten, Zeitschrift für Flugtechnik und Motorluftschiffahrt 1922, Heft 24; Baranoff, die Ermittlung des günstigsten Querschnitts eines auf Biegung beanspruchten Kastenholms, Zeitschrift für Flugtechnik und Motorluftschiffahrt, 1927, Heft 4; Schrenk und Pilgrim, die Festigkeit der Bolzen in Holzbauteilen, Kräfteeinleitung im Holz, bis jetzt als Versuchsbericht der deutschen Versuchsanstalt für Luftfahrt, 1927.

im Bauwesen wird angestrebt, die Erkenntnisse zur Geltung zu bringen. Bei dieser Einführung der Versuchsergebnisse in das Rüstzeug des Baumeisters war hervorzuheben, dass die Eigenschaften des Holzes, wenn sie in üblicher Weise ermittelt werden, im Bauholz nur beschränkt zur Geltung kommen können, weil in den grossen Querschnitten der Bauhölzer erhebliche Unregelmässigkeiten (verschiedene Festigkeit und Elastizität an verschiedenen Stellen eines Stabes, Einfluss von Aesten usf.) unvermeidlich sind, weil in zusammengesetzten Baugliedern örtlich zusätzliche Anstrengungen auftreten, deren Bedeutung und Grösse nicht hinreichend bekannt ist usf. Es zeigten sich wichtige Aufgaben, für die eine baldige Bearbeitung nötig erschien. Auf Veranlassung des führenden Fachmanns der deutschen Reichsbahngesellschaft, Herrn Reichsbahnoberrat Dr.-Ing. Schächterle ¹⁾, sowie der Firma Karl Kübler A.-G. Stuttgart ²⁾, und andern Holzbauunternehmungen sind in den Jahren 1918 bis 1927 in der Materialprüfungsanstalt an der Technischen Hochschule Stuttgart zahlreiche Versuche mit Bauholz zur Durchführung gekommen. Der Berichtersteller, der die Versuchsarbeiten zu leiten hatte, suchte, zu einer systematischen Klarstellung bestrebt, Lücken nach Möglichkeit zu verkleinern oder weitere Untersuchungen einzuleiten. Was dazu bis jetzt geschehen ist, wird im folgenden kurz zusammengefasst, wobei nur materialtechnische Fragen genannt sind; die Aufgaben des Konstrukteurs mussten besonderer Behandlung vorbehalten bleiben.

Es war unter anderem zu untersuchen:

- 1) inwieweit die Widerstandsfähigkeit grosser Holzstücke von der Widerstandsfähigkeit kleiner Holzproben abweicht, auch die Veränderlichkeit der Eigenschaften des Holzes mit fortschreitendem Austrocknen, wiederholtem Durchfeuchten und die Erkundung der Grenzwerte, welche unter praktischen Verhältnissen Geltung haben,
- 2) ob bei örtlicher Belastung durch Schraubenbolzen, Zapfen, Dübel, Stempel usf. höhere zulässige Anstrengungen angezeigt sind als bei gleichmässig verteilter Anstrengung,
- 3) wie der Verschiebungswiderstand (Scherfestigkeit) des Holzes zu beurteilen ist;
- 4) die Abhängigkeit des Druckwiderstands der Holzstäbe von ihrer Länge, einzeln und in Druckgliedern aus mehreren Stäben,
- 5) der Einfluss häufig wiederholter und langdauernder ruhender Belastung auf die Elastizität und Festigkeit der Hölzer;
- 6) weiterhin sind die Erkenntnisse über die Erhaltung des Holzes (Konservierung) sowie über den Schutz gegen Feuer (Entflammung) zu sammeln.

Zu 1) Gewöhnlich wird die Druckfestigkeit von Holz an Würfeln von 5 bis 10 cm Kantenlänge verfolgt. Aus solchen Versuchen ist für abgelagertes, luftgetrocknetes, astfreies Holz bekannt, dass die Druckfestigkeit K und das Raumgewicht r in — wenn auch beschränkter — Abhängigkeit stehen. Abb. 1 zeigt für

¹⁾ Schächterle, Ingenieurholzbauten bei der Reichsbahndirektion Stuttgart, 1925.

²⁾ Jackson, Ingenieurholzbauten, 1921; Seitz, Grundlagen des Ingenieurholzbaues, 1925.

Stuttgarter Versuche ¹⁾, dass die Annahme von Bauschinger (Linienzug B)

$$K = 1000 r - 100 \text{ kg/cm}^2,$$

für die meist in Betracht kommenden Hölzer (r bis etwa 0,7) weniger gut in der Punktschar liegt, als die Beziehung

$$K = 900 r \text{ kg/cm}^2,$$

welche im Linienzug A dargestellt ist und etwa der von Köhler für amerikanische Hölzer mitgeteilten Beziehung

$$K = (12000 r) \text{ lbs/sq. in. } ^2)$$

entspricht.

Unter praktischen Verhältnissen kommt diese Widerstandsfähigkeit nicht voll

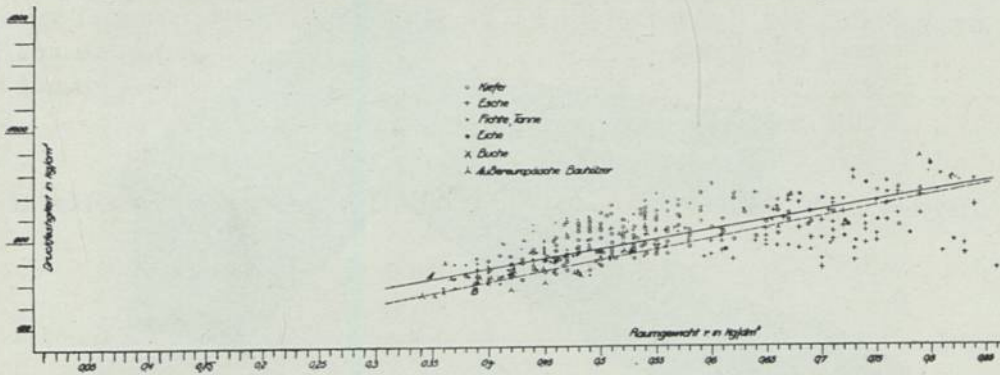


ABB. 1

zur Geltung. Zunächst ist zu beachten, dass das Holz beim Einbauen meist noch nicht lufttrocken ist und erst im Laufe der Zeit, in manchen Fällen überhaupt nicht die Festigkeit des luftgetrockneten Holzes erlangt ³⁾.

Beachtenswert ist auch, dass Hölzer mit grossen Querschnitten in der Regel geringere Druckfestigkeit liefern als die Ergebnisse kleiner Proben anzeigen. Die Widerstandsfähigkeit der Hölzer ist bekanntlich im Stammquerschnitt mehr oder minder veränderlich; die weniger festen, nachgiebigeren Teile kommen nicht voll zur Geltung. Z.B. fand sich die Druckfestigkeit von altem luftgetrocknetem Holz mit rund 25×32 cm Querschnitt und 64 cm Höhe beim Vorhandensein von 2 kleinen festsitzenden Aesten zu 309 kg/cm^2 , während Würfel, die aus einem andern Stück

¹⁾ R. Baumann, Heft 231 der Forschungsarbeiten auf dem Gebiet des Ingenieurwesens, 1922, sowie spätere Stuttgarter Versuche.

²⁾ Köhler, the properties and uses of wood, 1924.

³⁾ Weiter ist zu bemerken, dass die Druckfestigkeit von Prismen deren Höhe ein Mehrfaches der Kante des Querschnitts der Prismen beträgt, etwas kleiner als die Würfelfestigkeit bleibt (vergl. R. Baumann Mitteilung über Forschungsarbeiten, Heft 231). Sodann ist aufmerksam gemacht worden, dass die Druckübertragungen den Stirnflächen der Hölzer im Bauwerk durch roh gesägte Flächen erfolgt, während bei der üblichen Prüfung genau ebene Stahlplatten an eben bearbeiteten Holzflächen liegen. Versuche zeigten, dass der Einfluss der Beschaffenheit der Druckflächen nicht bedeutend ist, wenn die Druckflächen gut zusammenpassen (vergl. Graf, Bauingenieur 1922, S. 144) auch unter praktischen Verhältnissen bei guter Arbeit ausser Betracht bleiben kann, wenn die Druckstösse mit Laschen versehen sind, was aus anderen Gründen erforderlich ist.

des gleichen Holzes über den ganzen Querschnitt verteilt entnommen waren, 344 bis 437 kg/cm², im Mittel 383 kg/cm² Druckfestigkeit lieferten.

Wichtig ist der Einfluss von Aesten, Verwachsungen und sonstigen Unregelmässigkeiten, da die Druckfestigkeit des Holzes bei Abweichungen der Faserrichtung von der Druckrichtung rasch abnimmt, wie später noch näher zu erörtern ist.

Besonders scharf tritt der Einfluss von Aesten und andern natürlichen Unregelmässigkeiten der Hölzer bei *Zugbeanspruchung* auf. Das in Abb. 2 dargestellte Holz wies an der Bruchstelle mehrere Aststellen auf (Nadelholz); es lieferte die Zugfestigkeit K_z zu 140 kg/cm². In andern praktisch als zulässig bezeichneten Fällen sind

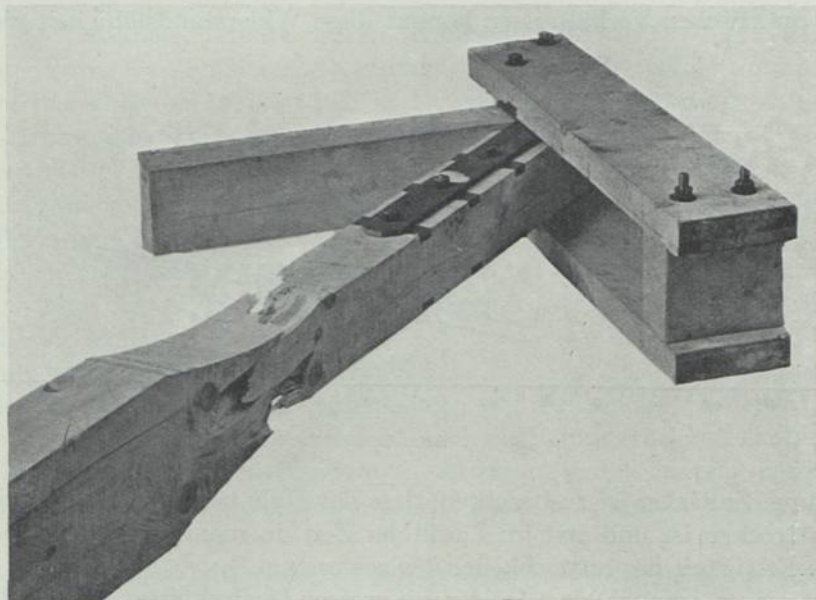


ABB. 2

zwar grössere Werte gefunden worden, aber der Einfluss der Aeste war stets erheblich. Astfreie Stücke aus dem gleichen Holz lieferten etwa das 3 fache ¹⁾.

Die bei solchen Versuchen gemachten Erfahrungen gaben uns Veranlassung, für Zugversuche mit Bauholz Proben herzustellen deren Querschnitt in der Regel mindestens $3,5 \times 10 = 35$ cm², und deren Länge etwa 2,5 m. beträgt.

Aus solchen Feststellungen *erhellte* das Bedürfnis mit grossen Holzstäben Festigkeitszahlen zu suchen, die auf die praktischen Verhältnisse ausreichend zuverlässig übertragen werden können. Die deutsche Reichsbahngesellschaft lässt z. Zt. solche Versuche bei uns durchführen. Dabei wird auch die Festigkeit des wassergetränkten Holzes verfolgt, weil im Bauwesen nicht selten frisches Holz verbaut wird und weil das frische Holz zunächst nur etwa $\frac{4}{10}$ der Druckfestigkeit aufweist, die abge-

¹⁾ Graf, in Entwurf und Berechnung von Eisenbetonbauten, Band 1, S. 99, sowie in Baumann-Lang, Das Holz als Baustoff, S. 147 usf.

lagertes, lufttrockenes Holz erreicht. Die Zusammenstellung 1 und 2 zeigen nach eigenen Versuchen die lang dauernde Zunahme der Druckfestigkeit bei trockener Lagerung, sowie die Abnahme der Druckfestigkeit bei Zutritt der Feuchtigkeit ¹⁾. Die Zugfestigkeit ist vom Feuchtigkeitszustand des Holzes weit weniger beeinflusst, was für das Bauwesen sehr wichtig ist.

ZUSAMMENSTELLUNG 1

	Stab a	b	c	d
wenige Tage nach der Anlieferung	146	173	209	198 kg/qcm,
7 Monate später	263	280	339	329 "
14 Monate nach der Anlieferung	305	340	435	388 "
20 " " " "	344	342	412	400 "
32 " " " "	347	351	403	426 "

Druckfestigkeit von Fichtenholz, in einem trockenen, geheizten Raum gelagert.

ZUSAMMENSTELLUNG 2

Druckfestigkeit von Fichtenholz nach Lagerung in Luft mit verschiedenem Feuchtigkeitsgehalt.

Würfel mit 5,5 cm Kantenlänge.

Aus abgelagerter Bohle entnommen, dann

- 21 Tage in trockenem, geheiztem Raum . . . $(600 + 550) : 2 = 575 \text{ kg/cm}^2$,
- 21 Tage wie a), dann 57 Tage unter einem offenen Dach, gegen Regen geschützt . . . $(423 + 426) : 2 = 424 \text{ kg/cm}^2$,
- 21 Tage wie a), dann 57 Tage in einem geschlossenen Kasten mit feuchter Luft . . . $(305 + 308) : 2 = 306 \text{ kg/cm}^2$.

Zu 2 lässt Abb. 4 erkennen, dass die höchst erreichte Beanspruchung bei teilweiser Belastung der Stirnfläche von Nadelholz mittelst Rundeisen (in entsprechend vorbereiteten Ausrundungen) mit wachsendem Stabdurchmesser etwas abnimmt, bis rund $\frac{9}{10}$ der Prismenfestigkeit.

Eine höhere zulässige Anstrengung kommt somit für den Belastungsfall nach Abb 3 nicht in Betracht.

Für den Konstrukteur ausserordentlich wichtig ist die Abhängigkeit der Widerstandsfähigkeit des Holzes von der Faserrichtung ²⁾. Die Vorschriften der deutschen

¹⁾ Entwurf und Berechnung von Eisenbetonbauten, Band 1, S. 94 usf. (Beitrag von Graf).

²⁾ Dabei wird in der Regel angenommen, die Belastungen wirken in den Stäben gleichmässig verteilt. Dies trifft schon bei einfachen Laschenverbindungen (nicht bloss beim Holzbau, auch beim Eisenbau) nicht zu, da die Laschen die Kräfte an einer Seitenfläche an das Mittelholz abgeben und dabei Verbiegungen erfahren.

Reichsbahn folgen den Versuchswerten Baumanns. Weiterhin konnte der Verfasser¹⁾ nachweisen, dass die Abminderung der zulässigen Last kleiner bleiben kann, wenn die Belastung quer zur Faser erfolgt und die Last nur einen Teil der Holzfläche trifft; dann nimmt das neben der Lastfläche gelegene Holz in der Faserrichtung an der Kraftübertragung teil, wie die Abb. 5 und 6 erkennen lassen. Ein rund 18 cm hohes Holz wurde unter einer 18 cm breiten Lastfläche durch 20,2 kg/cm² um 1 % zusammengedrückt, während auf einer 1,4 cm breiten Fläche 71,5 kg/cm² erforderlich waren. Die Abhängigkeit der Widerstandsfähigkeit von der Breite der Belastungsfläche lässt sich rechnerisch verfolgen, wie an anderer

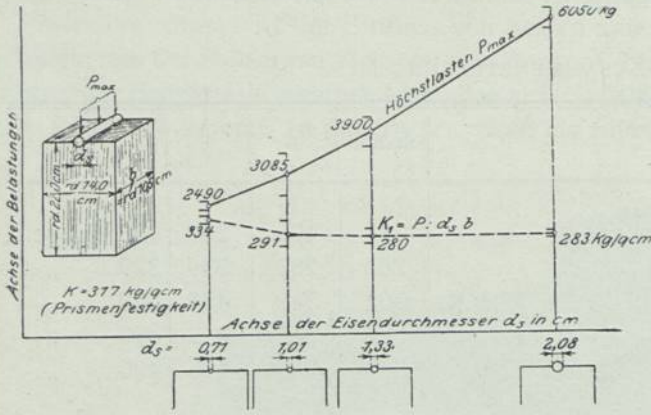


ABB. 3

ABB. 4

Stelle gezeigt ist ¹⁾. Wird die zugelassene Last bei 18 cm Breite gleich 1 gesetzt, so kann nach den bisherigen Versuchen die Belastung bei geringerer Belastungsbreite b um $\sqrt{\frac{18}{b}}$ erhöht werden.

Zu 3. Beim Entwurf der Holzverbindungen kann zunächst so vorgegangen werden, dass der Druckwiderstand des Holzes an den Uebertragungsstellen entscheidend wird; aus wirtschaftlichen Gründen muss aber angestrebt werden, die Verbindungsmittel möglichst kurz hintereinander zu setzen, auch sonst den Aufwand an Holz in der Lastrichtung zu beschränken. Damit wird auch der Verschiebungswiderstand des Holzes, meist Scherfestigkeit genannt, massgebend. Zur Feststellung des Verschiebungswiderstands des Holzes verwenden wir Körper nach Abb. 7 wobei Bruchbilder nach Abb. 8 auftreten. Wesentlich dürfte sein, dass die Fasern nicht bis zum oberen Ende der Probe durchlaufen, sondern bei c und d entsprechend den wirklichen Verhältnissen abgesetzt sind ²⁾ und auch Abmessungen aufweisen, die den zugehörigen Massen der Bauteile nahekommen.

Zu 4. Ueber Druckversuche mit Stäben verschiedener Länge, hergestellt aus geradfaserigem, gleichmässig gewachsenem Holz, das mehrere Jahre trocken gelagert war, gibt Abb. 9 Auskunft. Die Höchstlasten der schlanken Stäbe, d. s. hier die

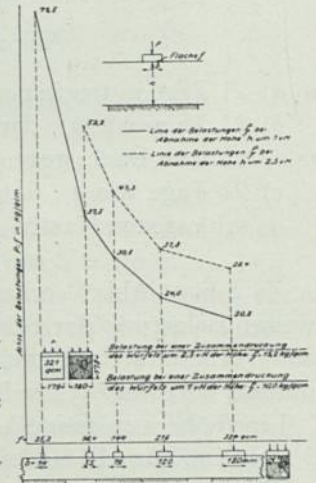


ABB. 5

ABB. 6

¹⁾ Bauingenieur 1921, S. 498 uf.
²⁾ Graf, Bauingenieur 1922, S. 143.

Stäbe mit $l_k : i = 50$ und mehr, liegen zu einem grossen Teil bei der Kurve, welche die Knicklast nach Euler angibt, wenn die Dehnungszahl zu $\alpha = 1 : E = 1/100000$ eingesetzt wird, wobei aber die Dehnungszahl des Holzes rd $1/130000$ betrug. Die Knicklast fiel also bei einem grossen Teil der Versuche noch deutlich kleiner aus als die Rechnung erwarten liess, weil eben durch die natürliche Ungleichmässigkeit des Holzes von vornherein gewisse Abweichungen von der gewollten, gleichmässigen Verteilung der Belastung über den Stabquerschnitt und damit von der zentrischen Belastung unvermeidlich sind. Die Höchstlast der kurzen Stäbe war durch die Druckfestigkeit der verwendeten Hölzer bestimmt, wobei eine ausgeprägte Abhängigkeit der Druckfestigkeit von der Höhe der Hölzer in dem gewählten Bereich $l_k : i = 10$ bis 40 nicht auftrat ¹⁾.

Der Druckwiderstand ausgesuchter Holzstäbe liegt hiernach bei schlanken Stäben nicht selten unter dem Bereich, den wir für Stäbe aus gleichmässigen Stoffen kennen. Ob schlanke Stäbe aus starkem Bauholz guter Beschaffenheit bei Einführung der mittleren Dehnungszahl des Holzes in der Regel nicht mehr als etwa $1/4$ gegen die nach der Rechnung zu erwartende Knicklast zurückbleiben, wie dies im

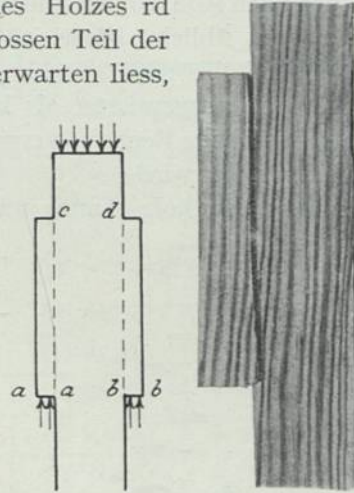


ABB. 7

ABB. 8

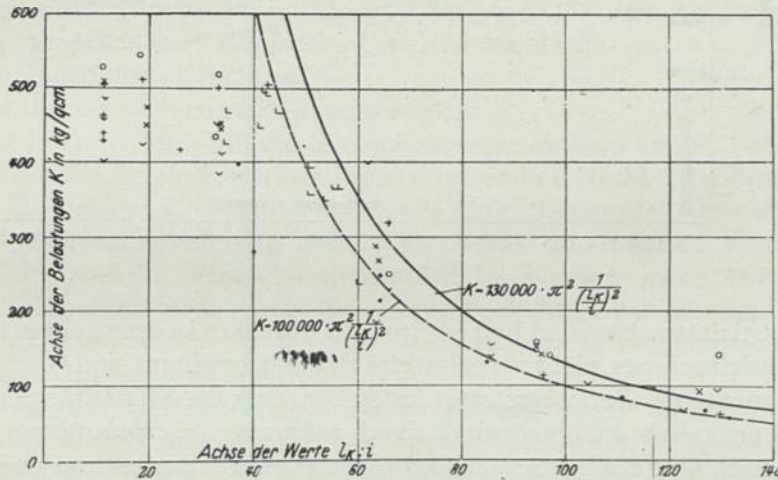


ABB. 9

Falle der Abb. 9 festzustellen war, ist noch nicht hinreichend bekannt, immerhin nach den bisher durchgeführten Versuchen vorläufig anzunehmen. Da für die Wi-

¹⁾ Wird die Würfelfestigkeit als Vergleichswert herangezogen, so empfiehlt es sich, diese zum 1,1-fachen der Prismenfestigkeit (Säulenfestigkeit) einzuführen, wie aus Versuchen von Janka (Untersuchungen über die Elastizität und Festigkeit der österreichischen Bauhölzer) und R. Baumann, (Heft 231 der Forschungsarbeiten auf dem Gebiete des Ingenieurwesens) bekannt ist.

derstandsfähigkeit schlanker Stäbe deren Elastizität massgebend ist, muss für ferner bemerkt werden, dass die Elastizitätszahlen in weiten Grenzen schwanken, auch nach Abb. 10 nur in loser Beziehung zum Raumgewicht stehen, die in Bauvorschriften übliche Elastizitätszahl $\alpha = 1 : E = 1/100000$ auch überschreiten (bei Nadelholz bis rund $1/70000$). Wichtig ist weiter, dass Stützen aus mehreren Stäben, noch ausgeprägter als im Falle der Abb. 9 geringere Höchstlasten ergaben, als die übliche Rechnung erwarten lässt, was durch besondere Versuche seit einiger Zeit verfolgt wird ¹⁾.

Zu 5. Bauholz (Tanne und Eiche), das bis zu 400 Jahre unter Belastung stand,

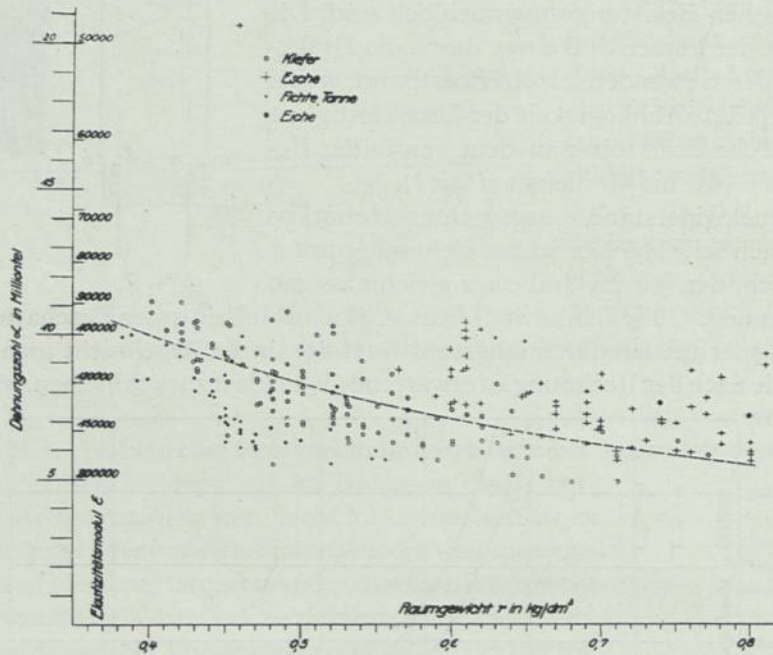


ABB. 10

lieferte Elastizitätszahlen und Festigkeiten, die durchaus in den Grenzen liegen, die für gutes, lufttrockenes, nicht vorbelastetes Bauholz bestimmt sind ²⁾.

Weiter konnte der Berichtersteller feststellen, dass die Elastizität von lang gelagertem Tannenholz und Eichenholz durch *zahlreiche Druckbelastungen und Entlastungen*, auch über die heute zulässigen Anstrengungen hinaus, nur unerhebliche Aenderungen erfährt, wie das Beispiel in Zusammenstellung 3 erkennen lässt.

Die Druckfestigkeit solcher Prismen fand sich bei der nach Zusammenstellung 3 gekennzeichneten Prüfungsart bis jetzt im Mittel zu rd $4/5$ der in üblicher Weise ermittelten Druckfestigkeit.

¹⁾ Der erste Versuchsbericht ist in Vorbereitung.

²⁾ Vergl. Graf in der Zeitschrift deutsches Bauwesen 1928.

ZUSAMMENSTELLUNG 3.

Tannenholzprisma „2d“.

$$f = 100,2 \text{ cm}^3; h = 20,3 \text{ cm}; r = 0,46.$$

Belastungs- stufe in kg/cm ²	Dehnungszahl der Federung				
	bei Beginn des Versuchs	nach 13484	nach 10244	nach 10110	nach 10440
		Belastungswechseln zwischen			
		10 und 160 kg/cm ²	10 und 197 kg/cm ²	10 und 235 kg/cm ²	10 und 272 kg/cm ²
10 bis 84,8	1 : 92300	1 : 92300	1 : 93500	1 : 94700	1 : 94700
10 bis 160	1 : 94700	1 : 92400	1 : 94700	1 : 94200	1 : 91300
10 bis 197	—	1 : 91700	1 : 94000	1 : 95000	1 : 89500
10 bis 235	—	—	1 : 92400	1 : 93500	1 : 89100
10 bis 272	—	—	—	1 : 91300	1 : 87600
10 bis 309	—	—	—	—	1 : 81600 ¹⁾

Ferner hat der Berichtersteller Versuche mit Holzstäben aufgenommen, die *langdauernder Biegebungsbelastung* unterworfen sind: Querschnitt 40 × 40 mm. Auflagerentfernung 1500 mm. Belastung an 2 Stellen in 200 mm Abstand. Bei den bisherigen Versuchen fand sich die Last, welche den Bruch

nach 30 Tagen herbeiführte, zu

rund 3/4 der gewöhnlichen Biegezugfestigkeit.

Zu 6. ist in erster Linie auf die *Hausschwammforschungen* von R. Falck zu verweisen; er hat die Ergebnisse seiner Feststellungen in 6 Merkblättern (Schwamm-erzeuger, Allgemeiner Holzschutz, chemische Holzschutzmittel, chemischer Bauholzschutz, Schwammsanierung und Trockenschutz im Holzbau) zusammengefasst ²⁾. Weiter sind die Vergleichsversuche mit *Imprägnierungsverfahren* für Grubenholz, durchgeführt vom Verein für die bergbaulichen Interessen im Oberbergamtsbezirk Dortmund hervorzuheben ³⁾, wobei sich die Imprägnierung mit Basilit ⁴⁾ als besonders wertvoll erwies.

Zusammenfassende Darstellungen der Holzkonservierung verdanken wir Trotschel ⁵⁾, Bub-Bodmar und Tilger ⁶⁾ und Himmelsbach-Noel ⁷⁾, den beiden erstgenannten auch in Bezug auf die Behandlung zur Verzögerung der Entflammung.

¹⁾ Zerstörung nach 178 Belastungen von 10 bis 309 kg/cm².

²⁾ R. Falck, Hausschwammforschungen, 8. Heft. Verlag Gustav Fischer, Jena 1927. In Merkblatt 41 lautet der erste Satz: „Alles im Neubau zur Verwendung kommende Holz soll einer Schutzbehandlung mit Fluornatrium (bezw. Fluornatrium als Hauptbestandteil enthaltenden Präparaten) unterzogen werden“.

³⁾ Berichte von Dobbstein, Zeitschrift Glückauf 1914, Nr. 16 und 1921, Nr. 26.

⁴⁾ Angeblich aus 89 % Fluornatrium und 11 % Dinitrophenolanilin (vergl. Rabanus, Zeitschrift Korrosion und Metallschutz, 2. Jahrgang, Heft 3).

⁵⁾ Handbuch der Holzkonservierung, Verlag Julius Springer, Berlin 1916.

⁶⁾ Die Konservierung der Hölzer, Verlag Paul Parey, Berlin 1922.

⁷⁾ Zu Baumann-Lang, Holz als Baustoff, 2. Aufl. 1927.

DISKUSSION

Herr Ing. BIENFAIT, Amsterdam

macht anlässlich des Vortrages von Prof. Graf Bedenken gegen den Gebrauch der Worte „lufttrocken“ und „sehr gut lufttrocken“, weil dies Werte sind, welche in den verschiedenen Ländern nicht dieselbe Bedeutung haben. In Anbetracht der internationalen Zusammenwirkung schlägt er vor, den Feuchtigkeitsgehalt in % des trockenen Gewichtes anzugeben, wie das in Amerika, Canada, Holland, und anderen Ländern schon üblich ist.

Herr Prof. GRAF

teilt mit, dass der wirkliche Feuchtigkeitsgehalt ihm bei all diesen Untersuchungen bekannt ist ¹⁾.

Mr. RAGNAR SCHLYTER, Civ. Ing.

Director of Dept. Building Materials at the Government Testing Institute of Sweden,
Stockholm

THE STRENGTH OF SWEDISH REDWOOD TIMBER (PINE) AND ITS
DEPENDENCE ON MOISTURE-CONTENT AND APPARENT SPECIFIC
GRAVITY

The present paper on the influence of moisture and specific gravity on the mechanical properties of Swedish redwood timber (*swedish pine*) gives an account of the investigations that the Government Testing Institute of Sweden (*Statens Provningsanstalt*) was commissioned to carry out by the Royal Swedish Institute for Scientific-Industrial Research (*Ingenjörsvetenskapsakademien*) in Stockholm.

The object of the investigations was primarily to ascertain, in the case of redwood timber (swedish pine, *Pinus silvestris*) of ordinary dimensions and quality.

a) the influence of moisture on the mechanical properties for large specimens of ordinary dimensions and quality and for normal specimens of smaller dimensions and fault-free timber taken out of the above-mentioned specimens after they had been tested.

b) the method of procedure for the determination of certain general mechanical properties of timber.

In the course of carrying out the work and working up the results, however, the dependence of the mechanical properties on the apparent specific gravity was also ascertained.

The investigations had to be limited in scope by the question of expense,

¹⁾ Nähere Mitteilung erfolgt in der Zeitschrift Bauingenieur 1928.

but they comprised the treatment of about 1800 specimens from 4 different places of growth, viz. Söderfors and Skutskär, both in the Province of Uppsala, Kramfors in the Province of Västernorrland, and Snärle in the Province of Jönköping.

The timber comprised partly freshly felled pine logs and partly planks and balks of usual commercial dimensions and quality.

When the objects of the experiments had been carefully measured and described, the following large specimens were selected: Planks (beams) for bending strength $6 \times 20 \times 300$ cm with a span of 280 cm Balks (columns) for axial compression strength $17 \times 17 \times 380$ cm.

These large specimens were tested partly in a green (moist) condition, moisture-content $f = 32\%$ of the dry weight, and partly air-dry with a moisture-content $f =$ about 18 to 24 %.

As soon as possible after the large specimens had been tested normal specimens were taken from them with a section of 5×5 cm for carrying out normal tests consisting of the determination of bending strength (b), compression strength parallel to the grain (tp), compression strength perpendicular to the grain (tv), shearing strength parallel to the grain (s) and hardness (h). (Tensile strength was not investigated, as it was considered that this was sufficiently indicated by the determination of the bending strength; see fig. 16).

For the determination of the influence of moisture on the different mechanical properties, the sawn-out 5×5 cm laths were stored in different ways.

The sawn-out laths intended for tests in air-dry condition were stored out-of-doors, in piles under a roof where the air could circulate freely.

The air-dry laths intended for tests in a moistened condition were placed in a moistening chamber with the air saturated with moisture.

The air-dry laths intended for tests in a kiln-dry condition were dried in a kiln, heated by steam and provided with moistening appliances.

The following designations of moisture-content have been employed (in percent of dry weight):

"kiln-dry"	for timber with $f = 6 - 10\%$ moisture-content.
"room-dry"	" " " $f = 10 - 15\%$ " "
"air-dry"	" " " $f = 15 - 19\%$ " "
"air-moist"	" " " $f = 19 - 23\%$ " "
"moist"	" " " $f = 23 - 30\%$ " "
"wet" or "green"	" " " $f =$ more than 30 % "

The normal specimens tested fall chiefly within three groups, viz.

"kiln-dry timber"	($f = 6 - 10\%$),
"air-dry timber"	($f = 15 - 19\%$) and
"moist timber"	($f = 23 - 30\%$).

The specific gravity was determined by measurement and weighing of specimens from each lath in testing condition, and the specific gravity in dry condition.

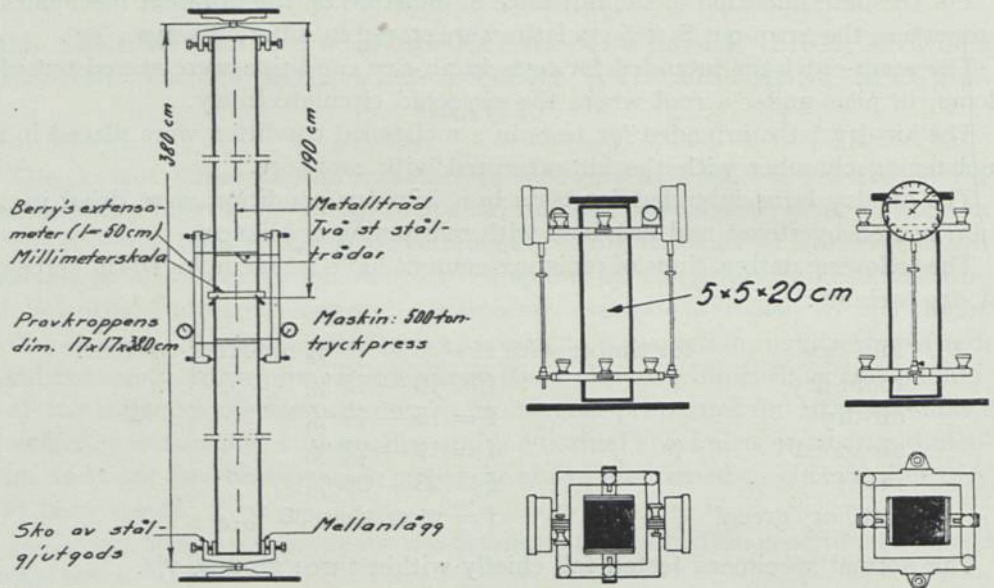
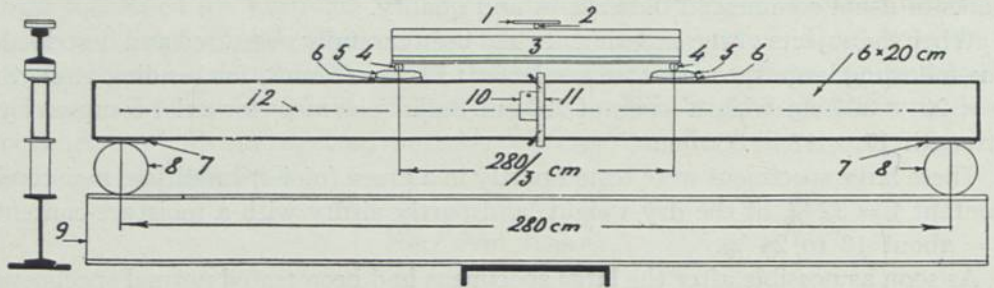


FIG. 1—3. Test methods at Statens Provningsanstalt, Stockholm, for large timber beams and columns and for normal specimens for compression test

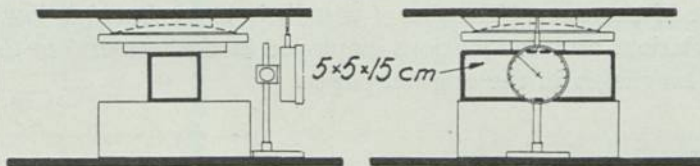
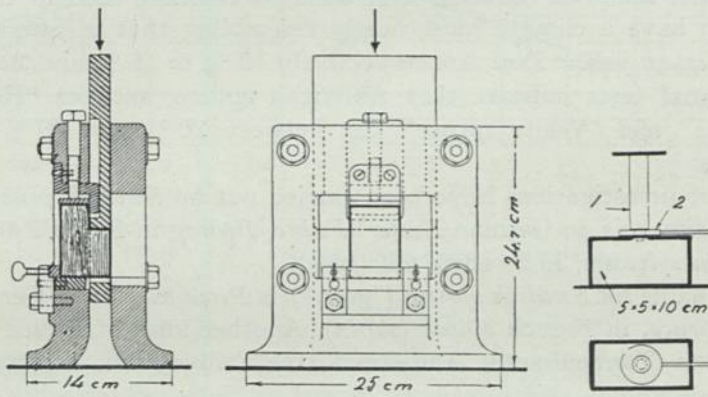
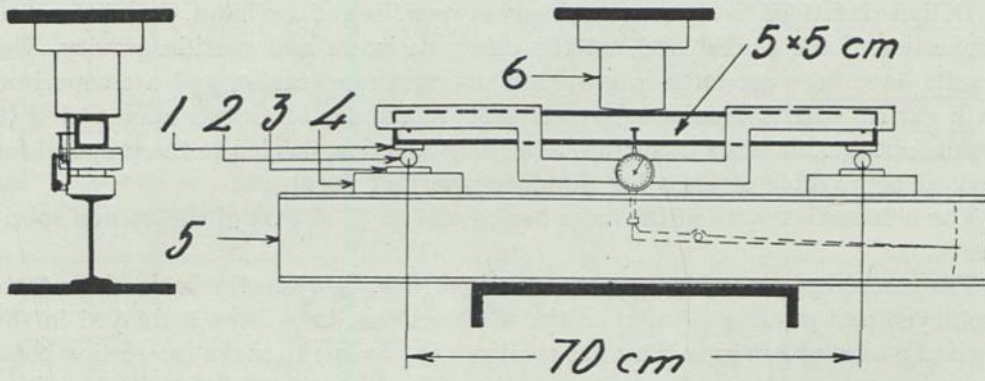


FIG. 4—7. Test methods at Statens Provningsanstalt, Stockholm, for normal timber specimens for determination of Static bending, shear, hardness and compression perpendicular to grain

designated "dry specific gravity" = r , was calculated from the specific gravity at the time of the tests by reduction for moisture-content.

With regard to specific gravity, the normal specimens come under three groups with average apparent specific gravity, $r = 0,42, 0,46$ and $0,50$.

Definite relations have been obtained between, on the one hand, the mechanical properties of the timber and, on the other, moisture and specific gravity. The results have been set forth in graphical diagrams and tables, and a comparison with earlier results obtained by professor Wijkander of Gothenburg and with results obtained in other countries, especially America, has led to the proposal for revised permissible stresses for Swedish pine (*tall, furu*).

The bending strength of the large beams was 65 % of that of the normal specimens.

The method of procedure was standardised (figs. 1—7) on the basis of the tests employed and in close relation to the methods that have been employed in the United States of America. This has rendered it possible to make interesting comparisons between the mechanical properties of Swedish pine and those of American pine (figs. 10, 13, 15 and 17)¹).

It has been found that, of the American woods, *Douglas fir* is from 5 % to 10 %, and *Longleaf Pine* about 20 % better than Swedish pine in the case of normal tests, while the kinds of redwood that seem to be most used in the northern states, which have a climate most nearly resembling that in Sweden, *Norway Pine* and *Western yellow Pine*, are respectively 10 % to 15 % and 20 % to 30 % inferior. Normal tests indicate that American spruce, such as "Red spruce", "Sitka spruce" and "White spruce", are between 20 % and 30 % inferior to Swedish pine.

The present investigations have been carried out on *Swedish pine* ("tall"), in Latin *Pinus silvestris*, in German *Kiefer* (*Fuhre, Föhre*), in English *pine* (*red fir*), in French *pin sylvestre*, in Swedish *tall* (*furu*).

The Latin name for *Swedish spruce* ("gran") is *Picea excelsa*, in German *Fichte*, in English *spruce*, in French *épicéa* (*sapin*). Another kind of spruce is called in German *Tanne* (*Tannenbaum*, "Christmas tree"; silvergran, ädelgran = *Edeltanne, Abies pectinata*), which is characterised by flattened branches. (The name given by LINNÉ to spruce, *Pinus abies*, seems to be out of date).

As regards the English designations, there seems to be a certain uncertainty, as appears from the examples of the prevailing confusion in the original paper.

An account of the tests ("Results of tests") is to be found below.

The abbreviations and designations employed in the text and in the tables are given in *four* languages in the original paper.

¹) Only the shear-test has been changed in some way. For the future it will be better to change the bending test so that the load will be applied on two points. By testing for the *aircraft* the Testing Institute has specimens of smaller dimensions, with a cross-section of 20×20 or 25×25 mm, but the test pieces for tensile strength have a diameter of 15 mm.

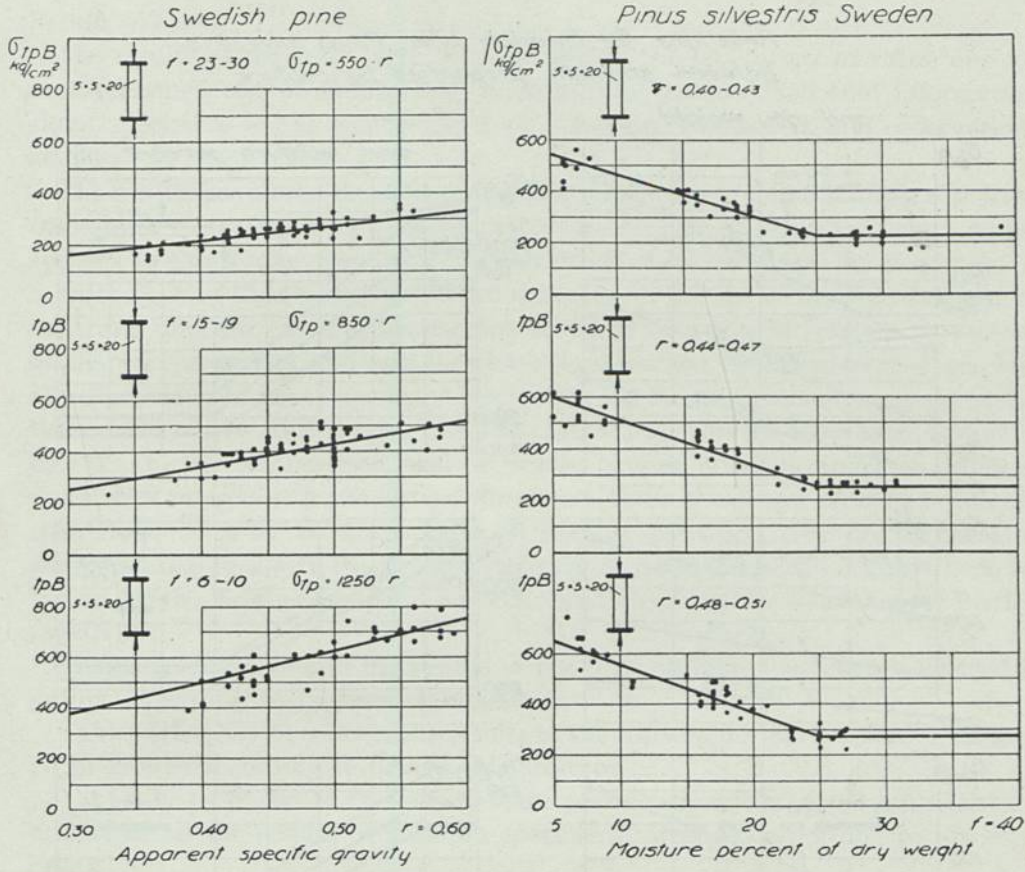


FIG. 8. Compression strength by rupture parallel to grain, $\sigma_{tp} B$ kg/sq. cm, in relation to r and f . Statens Provninganstalt, Stockholm

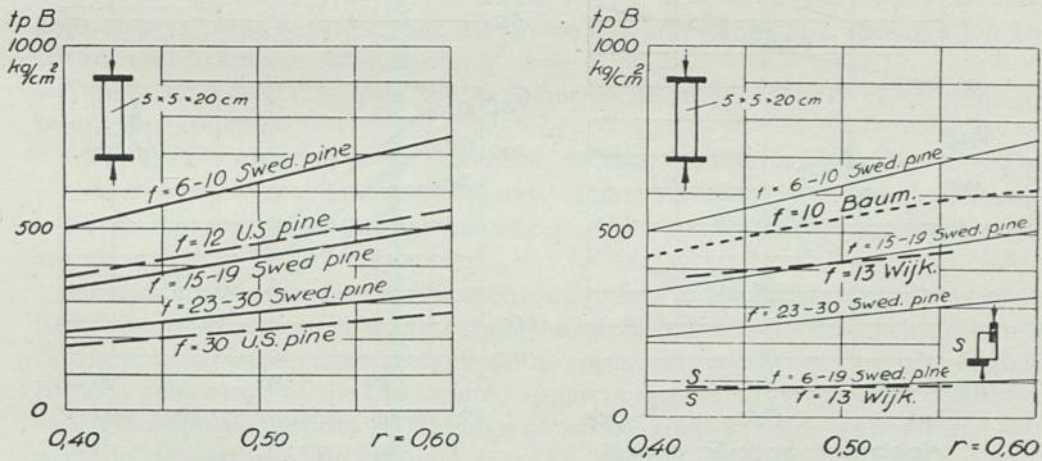
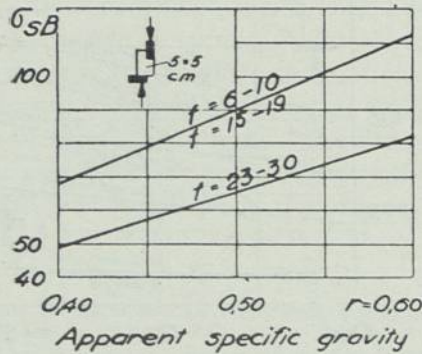
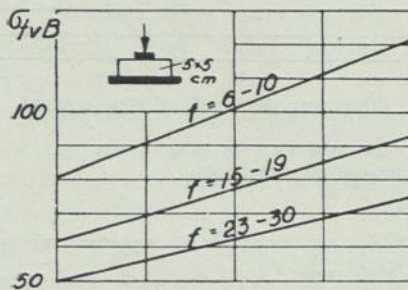
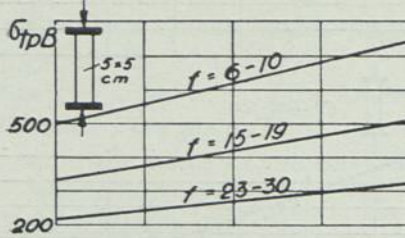
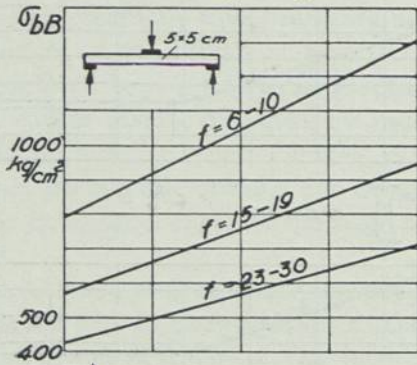


FIG. 9—10. The Swedish results from fig. 8 compared with earlier Swedish results (Prof. Wijkander) german results (Prof. Baumann) and U. S. Western yellow pine (*Pinus ponderosa*). See also fig. 13—16

Relations for Swedish pine, *Pinus silvestris*,
between strength properties by rupture

and dry weight



and moisture percent

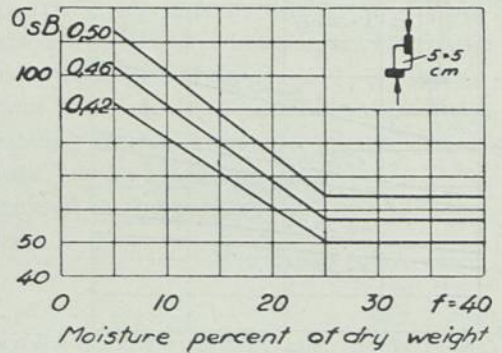
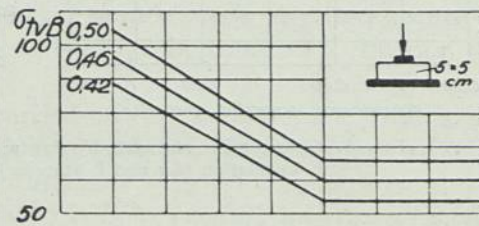
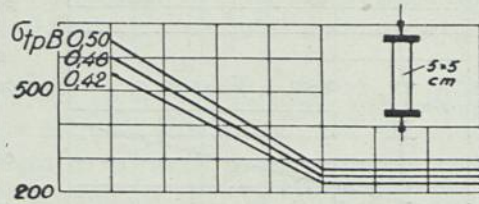
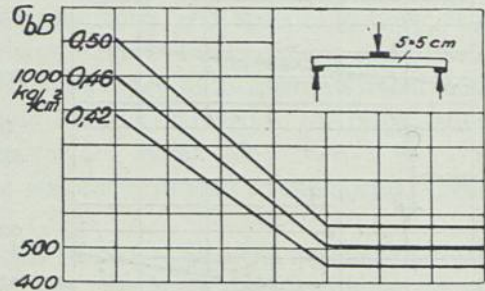


FIG. 11. Results at Statens Provninganstalt, Stockholm

Results of Tests.

The results of the tests have been entered in the laboratory minutes, one for each specimen out of about 1800. Each minute contains collected information about specimens at the time of the tests, the results obtained, and observations made.

The results have been brought together in the form of tables, and extracts from these tables have been presented in tables I—XIV in the original paper, which appears in Stockholm, partly in English, by R. SCHLYTER and G. WINBERG.

In the tables the results have been arranged in groups according to degree of moisture, and also arranged according to place of origin in relation to various mechanical properties, and then they have been worked up and presented graphically (for example for compression strength in fig. 8). A special re-arrangement has been made in a special chapter and the chief results thereof have been set out in fig. 11. The results, however, will be further revised and rearranged in different ways with reference to properties other than those that have already been considered, or in order to throw light on various questions. The original results, therefore, together with the Testing Institute certificate no. 8454 E., have been retained by the Testing Institute, in order that they may be available for further researches.

Tables I—II *) contain the results of the tests on large specimens, arranged in groups according to degrees of moisture.

Tables III—XII *) contain the results of the tests on normal specimens, arranged in groups according to degrees of moisture.

Tables I, 1—6 and II, 1—5 *) contain presentations connected with tables I and II of all the results of tests on specimens, arranged according to places of origin.

Tables III, 1—5, IV, 1—5, and so on to XII, 1—5 *), contain presentations connected with tables III—XII of all the results of tests on specimens, arranged according to place of origin, but they have not been published. (See Testing Institute certificate no. 8454 E.).

Tables XIII—XIV *) give the distribution of moisture over crosssections of beams and columns.

In tables I—VI *) are given the mark, number, condition and place of origin, moisture-content as a percentage of dry weight, and strength, of the specimens.

For each group of specimens the maximum, mean and minimum values of strength are given.

To obtain the curves or diagrams corresponding to the tables all the specimens have been plotted, as will be clear from the fig. 8. In tables 1—6 and the following (in the original paper) have been given the specimens' condition, moisture-content (f), as a percentage of the dry weight, apparent specific gravity in dry condition, called dry specific gravity (r), number of annual rings per cm., autumn and sapwood in percentages and strength in kg/sq. cm.

*) In the original paper, Stockholm.

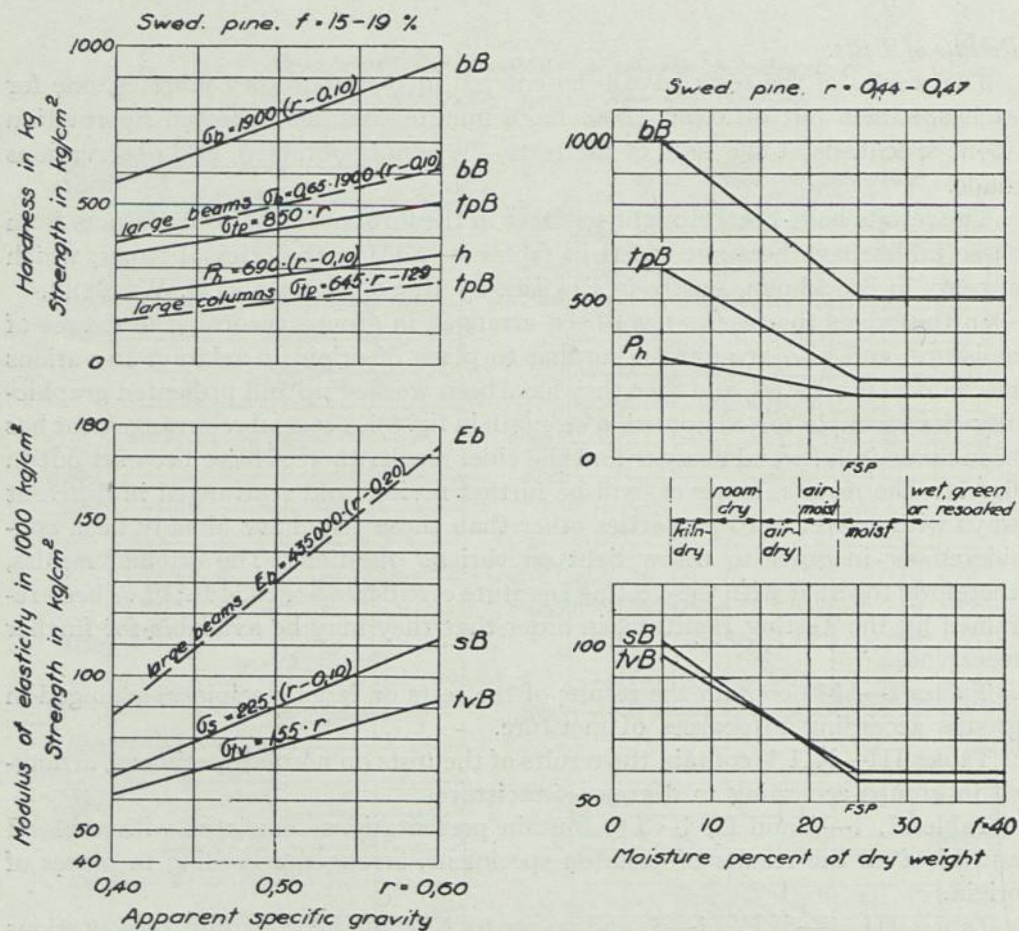


FIG. 12. Summary of Swedish results on normal specimens, compared with results on large beams and columns

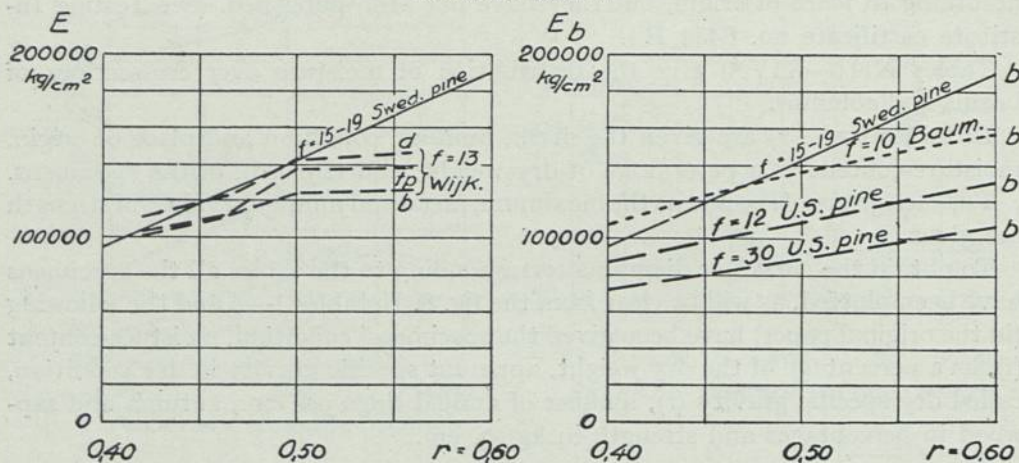


FIG. 13. Modulus of elasticity in relation to apparent specific gravity for Swedish pine compared with other results (see fig. 16). Statens Provingsanstalt, Stockholm

To the results have been appended photographs of all the large specimens and a description of them.

The results of the tests have been arranged: according to specific gravity in 3 groups with the average specific gravity $r = 0,42, 0,46$ and $0,50$. Within each such group the results have been arranged in 3 moisture-content groups with moisture-content $f = 6 - 10$ (kiln-dry), $f = 15 - 19$ (air-dry) and $f = 23 - 30$ (moist). (Fig 11).

The mean results for the different mechanical properties and comparison figures for them, within the mentioned different specific gravity and moisture-content groups, have been arranged (fig. 11) and these mean values can be obtained from the equations given in fig. 12. Fig. 12 contains a presentation of the results for *air-dry pine* with $f = 15 - 19$ per cent of the dry weight and shows the variation of ultimate strength with dry specific gravity (r), the strengths being designated by:

- b = bending
- tp = compression parallel to the grain
- tv = compression perpendicular to the grain.
- s = shearing
- h = hardness.

It is to be observed that in fig. 12 there is a divergence in the moisture-content of the large columns, which is $f = 20\%$ to 30% . The relation l/i is about 81 for the columns.

The relations between the mechanical properties and the apparent specific gravity is expressed by means of the equations given in fig. 12.

Regarding the relation between the strength and the moisture-content, this appears also from fig. 12, and a study of this fig. shows that the strength declines linearly with increased moisture-content up to the fibre saturation point, which lies at $f = 25\%$, after which the strength with increased moisture-content is practically constant. Fig. 12 gives the results for pine with a specific gravity of $r = 0,44 - 0,47$. Fig. 11 gives a presentation of all the more important results and shows:

I. The connection between mechanical properties and dry specific gravity in the case of the 3 above-mentioned moisture-content groups.

II. The connection between mechanical properties and moisture-content in the case of the 3 above-mentioned specific gravity groups.

For a closer study of how these results have been obtained reference is made to the original paper.

Summary and proposal for permissible stresses.

With a moisture-content of $f = 15 - 19\%$ of dry weight air-dry swedish pine

has an apparent specific gravity of about 0,54, corresponding to an apparent specific gravity in dry condition $r =$ about 0,46. Taking account of knots and unevennesses in weight we ought to calculate with a weight of

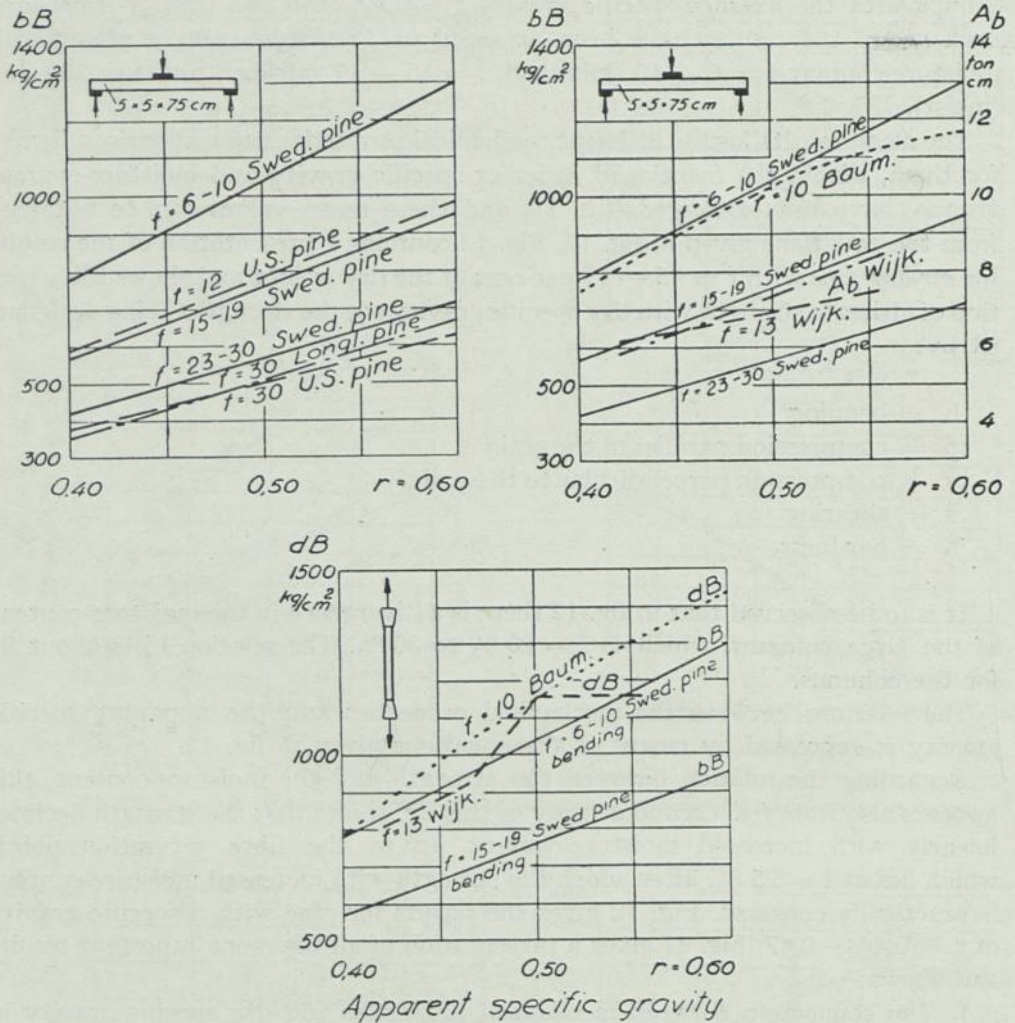


FIG. 14—16. Bending strength by rupture (bB) and tension strength by rupture (dB) in relation to apparent specific gravity. Swedish results for Swedish pine, *Pinus silvestris*, compared with earlier Swedish bending and tension results (from Prof. Wijkander = Wijk), with German results (from prof. Baumann = Baum.) and with United States results for Longleaf pine, *Pinus palustris*, and Western yellow pine, *Pinus ponderosa*, (= U.S. pine)

Statens provningsanstalt, Stockholm

600 kg/cub.m. for pine timber for indoor use.

700 to 725 kg/cub.m. for out-door use or in damp premises.

In a preceding chapter of the original paper are given the mechanical properties

that air-dry *European redwood* (*Pinus silvestris* and *Picea excelsa*) are considered to possess according to investigations made in other countries, and in the above-mentioned fig. 11 are given the corresponding properties of *Swedish pine*, from which is deduced the following table A.

TABLE A. — *Mechanical properties of air-dry Swedish pine at $f = 15 - 19\%$ and $r = 0,42, 0,46$ and $0,50$ respectively, and for specimens with a cross-section of 5×5 cm.*

	Specific gravity, $r =$			Strengths in percentage of tp at $r = 0,46$		
	0,42	0,46	0,50			
Compression strength parallel to grain (tp) kg/sq. cm	355	390	425	90	100	110
Compression strength perpendicular to grain (tv, proportion limit) . kg/sq. cm	35	35	40	—	—	—
Compression strength at 10 % compression (tv) kg/sq. cm	65	70	80	15	20	20
Bending strength (b) kg/sq. cm	610	685	760	155	175	195
Shearing strength (s) kg/sq. cm	70	80	90	20	20	25
Modulus of elasticity (E) 1000 . kg/sq. cm	95	115	130	—	—	—

On account of knots, defects, &c. the bending strength of the *large beams* tested ($6 \times 20 \times 300$ cm, $f =$ about 18 %) amounts, according to fig. 12, to only 65 % of the bending strength of the normal specimens, that is to say to about 400, 450 and 490 kg/sq. cm respectively at the various specific gravities.

On account of knots, defects, &c. the axial compression strength of the large columns tested ($17 \times 17 \times 380$ cm, $f =$ about 24 %) amounts, according to fig. 12, to only about 40 to 50 % of the compression strength of the normal specimens, that is to say to about 140, 170 and 190 kg/sq. cm. respectively at the different apparent specific gravities and at $l/i =$ about 81.

With the guidance of the results obtained, the following *proposal for permissible stresses for indoor timber*, table B, has been worked out, *on the presumption*

1) that the constructions are made of healthy, at least air-dry, straight-grown timber, without large knots in the sections taking the greatest strain.

2) that they are protected from damp (indoor constructions), and

3) that the calculations for the constructions are carefully made according to generally accepted methods.

For timber out of doors, for green timber, or in cases where the timber is exposed to damp air indoors, and in cases where the calculations are not made with sufficient exactitude, the permissible stresses must be reduced to 70 % of those quoted.

For hydraulic constructions the permissible stresses may be set at 35 % of the values given for compression and tension parallel to the grain and for bending, and at 50 % in other cases.

Loads in table B are under the conditions stated above

1. for usual constructions
2. for constructions of preliminary character.

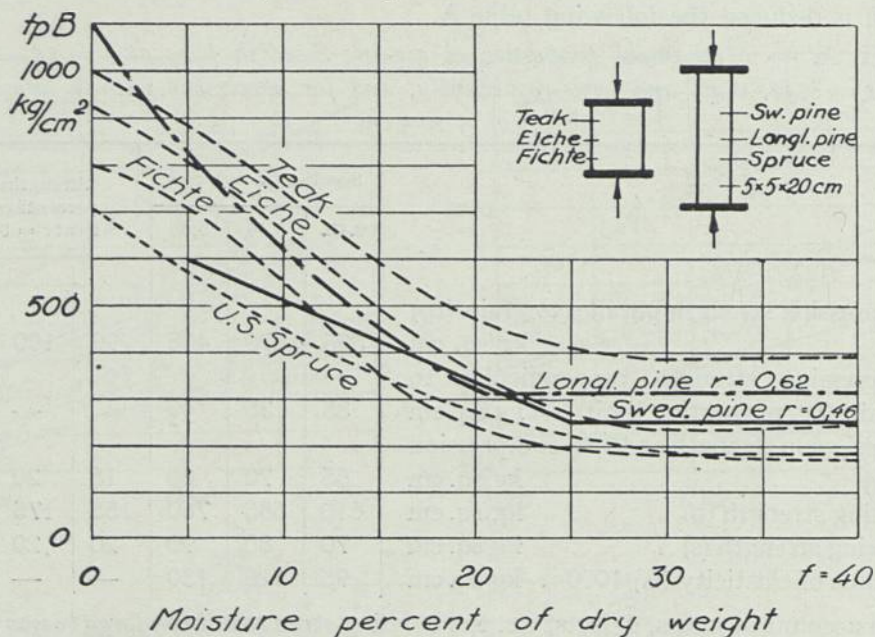


FIG. 17. Compression strength by rupture (tp_B) parallel to grain
 Swedish results for swedish pine
 American results for longleaf pine and U.S. spruce
 German results (Prof. LANG) for Teak, Eiche, Fichte

TABLE B. Permissible stresses in $kg/sq. cm$ for Swedish pine (*Pinus silvestris*) under the conditions stated in the text

Strenght against	Loads	
	1	2
Tension parallel to grain (dp) $kg/sq. cm$	100—120	120—(135)
“ perpendicular to grain (dv) ”	0	0
Compression parallel to grain (tp) ”	75—90	90—(100)
“ penpendicular to grain (tv) ”	20—25	30—(35)
Shearing parallel to grain (sp) ”	12—(10)	12
“ perpendicular to grain (sv) ”	35	— —
Bending according to Navier (b) ”	100—120	120—(135)

The above given results are taken out of the original paper, which appears with all the tables and some more figures, published by the Royal Swedish Institute for Scientific-Industrial Research (Ingenjörsvetenskapsakademien) in Stockholm.

VIEILLISSEMENT ARTIFICIEL DES BOIS. DIFFÉRENCIATION DES BOIS VERTS ET DES BOIS VIEUX OU ARTIFICIELLEMENT VIEILLIS

par

F. CELLERIER

Paris

RAPPEL DE LA CONSTITUTION DU BOIS

A l'inverse des autres matériaux de construction, le bois est un produit „organisé”, constitué par différents tissus qui se modifient et se transforment, non-seulement pendant la période de „vie” de l'arbre dont il fait partie, mais encore après l'abattage.

Pour chaque essence d'arbre, le bois présente toutefois des „caractéristiques particulières”, telles que : le groupement des fibres et des cellules ; le grain, la quantité plus ou moins grande d'eau ; la présence de certaines matières ; etc.

C'est ainsi, par exemple, que le hêtre, vu en coupe transversale, se présente avec des vaisseaux petits et irrégulièrement répartis dans toute la masse des faisceaux fibreux ; que les rayons médullaires sont de grosseur très variable et que les fibres petites, et à canal central fin, sont à parois épaisses généralement arrondies ; que, vu en coupe radicale ou en coupe tangentielle, ses canaux médullaires présentent un nombre considérable de petites cellules. On constate encore qu'aux mêmes époques le hêtre renferme sensiblement moins d'eau que le frêne, le bouleau, le chêne, le pin et le peuplier ; lui-même, en hiver, contient 10 % moins d'eau qu'au printemps.

Poussant plus loin les investigations, on peut constater, pour une même essence, des traces caractéristiques, soit de l'âge de l'arbre, soit même de la durée de conservation après l'abattage.

C'est, qu'en effet, les éléments qui constituent le bois (cellules, vaisseaux, résines, gommés, substances taniques, etc.), se modifient ou s'éliminent plus ou moins avec le temps, lorsque l'arbre a été abattu et abandonné à l'air.

Bien entendu, quantité de facteurs interviennent qui peuvent modifier sensiblement la structure, telles que les conditions de „vie de l'arbre” et de „conservation”, mais les caractères généraux subsistent et leur étude peut fournir des éléments précieux d'appréciations sur les qualités des bois.

RAPPEL DE L'INCONVENIENT DE L'UTILISATION DES BOIS VERTS

Rappelons, pour mémoire, que les bois verts, c'est-à-dire les bois fraîchement débités, lorsqu'ils sont utilisés sans traitement approprié, présentent, avec le temps, de sérieux inconvénients. Ils se „voilent", ils „jouent", ils „se fendent", ils sont enfin plus „accessibles aux parasites" qui les détruisent. Ces défauts les excluent pour la fabrication de quantité de pièces soignées ou résistantes.

Les bois de bonne qualité, bien conservés, sont à peu près exempts de ces inconvénients lorsque les éléments constitutifs ont achevé la transformation ou élimination et que la „stabilisation" des éléments restants a fini par se réaliser avec le temps.

Malheureusement, pour obtenir des bois vieillis naturellement, il faut les conserver avec précautions pendant de longues années. On est ainsi conduit à „stocker" d'importantes quantités de bois, ce qui se traduit finalement par la nécessité de disposer de vastes emplacements et de laisser improductifs, pendant plusieurs années, des capitaux parfois importants représentant l'achat de ces bois.

TRAITEMENT DES BOIS PAR CHAUFFAGE ET DESSEVAGE

On conçoit donc l'intérêt qui s'attache à la recherche de traitements des bois aussitôt après l'abattage en vue d'obtenir, dans un délai aussi réduit que possible, des bois présentant des qualités comparables, et, si possible, identiques à ceux vieillis naturellement après cinq ou six ans.

Il existe quantité de procédés pour le traitement des bois verts en vue d'améliorer rapidement leurs qualités. Parmi les plus courants, on peut signaler : le *traitement par l'air chaud* et le *traitement à la vapeur*.

Dans le premier cas, on fait passer un courant d'air chaud et sec sur les échantillons disposés convenablement dans une étuve. Ce traitement n'a, toutefois, pour effet que d'entraîner l'humidité du bois, c'est à dire de le déshydrater plus ou moins complètement : quant aux autres matières, il n'est pour ainsi dire pas question de leur disparition ou de leur transformation en éléments stables. C'est un traitement de *séchage*.

Dans le second cas, on s'efforce d'injecter dans le bois de la vapeur autant que possible sous pression. Une partie de la sève et des matières résineuses sont entraînées sous forme d'une écume plus ou moins blanchâtre. C'est un traitement de *dessevage*.

Mais aucun de ces divers procédés ne fournit une transformation suffisante des éléments, en quelque sorte encore vivants, du bois vert, en des matières inertes et pour ainsi dire invariables avec le temps, caractérisant les bois sains vieillis.

VIEILLISSEMENT ARTIFICIEL DES BOIS PAR L'OZONE

Au cours des années qui suivirent 1914 la consommation exceptionnelle des bois, pour les besoins divers que créait la guerre, avait eu pour conséquences, dans beaucoup de pays et en particulier en France, d'épuiser complètement les stocks de vieux bois jusqu'alors conservés.

Les procédés habituels en usage à cette époque, tels que le séchage et le dessevage, permettaient bien d'obtenir rapidement des bois présentant des qualités suffisantes pour certains usages. Mais ils étaient complètement insuffisants pour les emplois spéciaux qui exigent du „bois parfait”.

Tel était le cas notamment pour les bois destinés à la confection des hélices d'aviation, lesquelles doivent répondre à des conditions sévères de réception.

Il était devenu rapidement nécessaire de réaliser un „succédané” des bois vieux dans un minimum de temps.

M. G. Lyon, de Paris, avait eu l'idée dès 1893, d'utiliser l'ozone „au traitement des matières à éléments modifiables par oxydation, particulièrement des bois et vernis”.

En 1917 l'idée de l'utilisation de l'ozone fut reprise en France, et des dispositifs furent créés, utilisant le passage d'air ozonisé sur les échantillons de bois traités convenablement disposés dans une étuve.

A l'heure actuelle divers procédés sont employés, différant entre eux; soit par la production de l'ozone; soit par la teneur de l'air ozonisé, par le mode de circulation, par la température des gaz etc. . . .

La description détaillée de ces procédés sortirait malheureusement du cadre de la présente communication. Signalons toutefois que le traitement exige une série de précautions spéciales pour réussir la transformation complète des éléments sans les suroxyder.

DIFFÉRENCIATION DES BOIS VERTS ET DES BOIS VIEUX OU ARTIFICIELLEMENT VIEILLIS

Jusqu'en 1917 on n'avait que des connaissances très imparfaites sur les modifications complexes qui se produisent au cours du vieillissement des bois.

Si l'on commençait à se préoccuper des procédés susceptibles d'accélérer leur vieillissement, par contre on ne connaissait alors aucun moyen de contrôle qui permit de déceler le moment précis où l'oxydation des éléments était suffisamment réalisée, contrôle sans lequel toute tentative sérieuse de traitement ne pouvait pratiquement pas réussir.

Nous avons commencé en 1917 l'étude de cette dernière question avec la collaboration de M.M. J. Soulier et Frey. Cette étude a porté sur six essences vulgaires de bois, à savoir: frêne, sapin, peuplier, hêtre, chêne et orme ¹⁾.

¹⁾ Etude sur la différenciation des „bois verts et des bois vieux ou artificiellement vieillis par M.M. J. Soulier et Frey, sous la Direction du Chef d'Escadron Cellerier, Directeur du Laboratoire d'Essais — 5 Février 1918 — Librairie Chapelot.

Notre méthode d'investigation a consisté *pour chaque essence*:

1°. *A rechercher les éléments caractéristiques de la durée de „vieillessement naturel”* obtenu après conservation dans des conditions estimées celles dans lesquelles on conserve habituellement les bois en vue de leur utilisation comme matériaux de choix;

2°. *A déceler ces éléments caractéristiques* par des procédés simples de laboratoires;

3°. *A comparer les résultats* obtenus avec des bois naturellement vieux et avec des bois artificiellement vieillis.

Les éléments caractéristiques peuvent se classer en deux catégories. L'une concerne les *aspects physiques* particuliers sous lesquels se présentent les fibres, les canaux médullaires, etc. L'autre se rattache à la *constitution chimique* des produits que renferme le bois, tels que résines, huiles essentielles, amidon, etc.

Toutefois, pour la recherche de certains de ces éléments, il faudra tenir compte de l'époque d'abattage de l'arbre et de celle du débitage; bref connaître autant que possible „l'histoire du bois” à partir de sa coupe.

C'est ainsi que, pour l'amidon, la quantité de ce produit contenue dans les arbres en végétation varie suivant la saison. Abondant dans le tronc et les branches maitresses au début de l'hiver (fin octobre), l'amidon abandonne peu à peu ces régions pour se porter vers les points végétatifs et les traits faibles, jusqu'à la fin de l'hiver (début du printemps); il en est de même au moment de la sève d'août. Ces observations montrent *l'influence de l'époque d'abattage* sur la proportion d'amidon contenu à ce moment dans les diverses zones du bois de l'arbre.

D'autre part, après l'abattage de l'arbre, si l'on abandonne les grumes, l'amidon peut se porter vers les bourgeons et les petites pousses qui se produisent pendant quelque temps, et ainsi disparaître plus ou moins. tandis que si l'on débite les grumes l'amidon persiste dans les cellules du parenchyme ligneux et dans les rayons médullaires.

Des constatations très intéressantes de cet ordre ont été effectuées, dans ces derniers temps, par M.M. Roger Lyon, G. Fron, et Fournier, sur des échantillons de hêtre dont ils connaissaient „l'histoire” en particulier depuis l'époque d'abattage.

A l'époque exceptionnelle où furent commencées nos expériences (1917), il ne fut pas toujours possible de connaître les circonstances d'abattage ou de débitage des divers échantillons étudiés, en sorte que, certaines réserves doivent être faites sur la caractérisation par l'amidon des bois verts et des bois vieux.

PRÉPARATION DES COUPES

L'examen microscopique des tissus s'effectue sur des coupes très minces, de l'ordre de $\frac{1}{20}$ à $\frac{1}{100}$ de millimètre si possible, obtenues au moyen de microtomes spéciaux. Ces coupes peuvent être conservées dans un mélange à parties égales d'eau, d'alcool et de glycérine additionné d'une trace de thymol.

Pour l'examen au microscope, on les dispose sur plaques de verre avec du baume

du Canada, par exemple, et en prenant les précautions d'usage pour ce genre d'investigations microscopiques de pellicules minces.

Pour l'étude d'un bois, il est recommandé d'effectuer trois genres de coupes :

Coupe transversale, perpendiculaire à l'axe de l'arbre. On obtiendra ainsi des sections transversales des fibres et vaisseaux, ainsi que des vues en long des rayons médullaires.

Coupe radiale, suivant un diamètre. On distinguera les fibres et les vaisseaux suivant leur allongement, ainsi que les zones de croissance.

Coupe tangentielle, suivant un plan non diamétral perpendiculaire à un rayon médullaire. Par ce moyen, on observera les fibres et vaisseaux se présentant en diverses sections transversales ainsi que les canaux élémentaires qui les composent, disposés suivant une ou plusieurs assises verticales enfermées dans une sorte de cloisonnement.

CENTRALISATION DES RÉSULTATS DES RECHERCHES RELATIVES AUX CARACTÉRISTIQUES DES BOIS VERTS OU VIEUX

Nous soulignons :

1°. *Le grand intérêt qui s'attacherait à une recherche méthodique aussi complète que possible sur les caractéristiques décelées par l'examen microscopique des diverses essences de bois, et à tous leurs âges.*

Dans divers pays, des recherches dans ce sens ont déjà été entreprises; mais si elles constituent des travaux, parfois très importants et intéressants, par contre elles ne sont pas rattachées les unes aux autres avec méthode.

2°. *Il serait souhaitable qu'une centralisation des résultats des recherches relatives aux caractéristiques des diverses essences de bois verts ou vieux put être faite de manière à caractériser d'une façon scientifique et indiscutable un échantillon quelconque de bois.*

Une telle étude aurait notamment pour conséquence de pouvoir établir des règles précises de réception des bois et éviter ainsi des mécomptes que procure la seule „appréciation” des experts même les plus avertis.

EXEMPLES DE PROCÉDÉS DE DIFFÉRENCIATION DU VIEILLISSEMENT DES BOIS

En signalant, ci-après, quelques exemples de nos premiers résultats obtenus avec la collaboration de M. M. J. Soulier et Frey, puis ceux, plus récents, de M. M. R. Lyon, G. Fron, et M. Fournier, nous pensons devoir attirer l'attention des savants et des techniciens spécialistes des diverses nations pour les compléter, les coordonner, et vulgariser ainsi l'emploi rationnel des bois de qualité, y compris ceux obtenus après un traitement de rapide vieillissement.

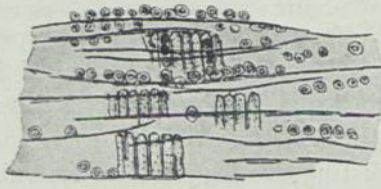


FIG. 1. Sapin vert-Coupe radiale. goutte-
lettes d'huile et résine

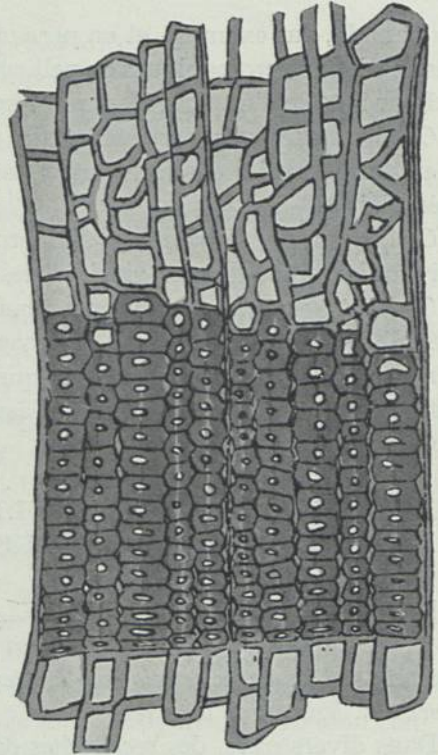


FIG. 2. Sapin vert. Coupe transversale. Cellules
d'automne

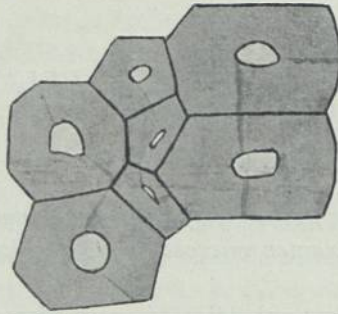


FIG. 3. Sapin vert. Coupe transversale
Cellules d'automne grossies

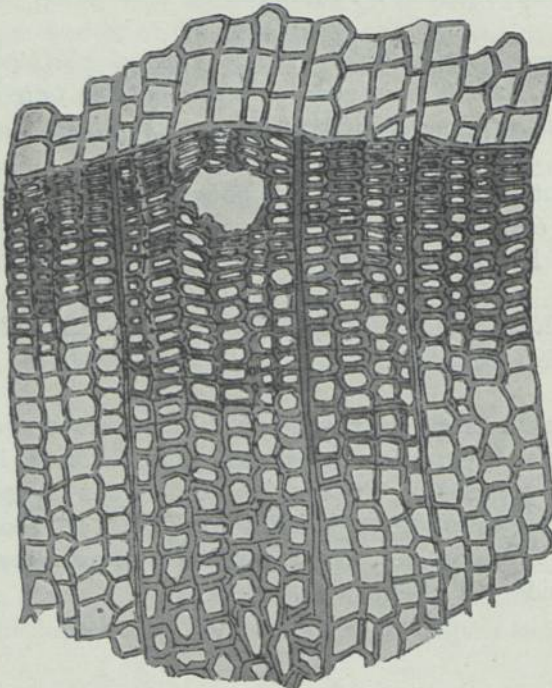
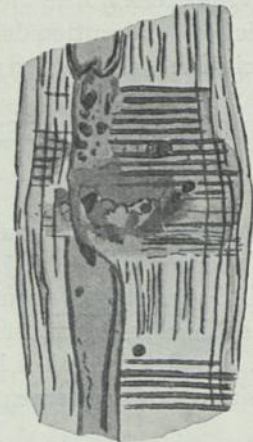


FIG. 4. Sapin vieux. Coupe transversale
Cellules d'automne



FIG. 5. Sapin vieux. Coupe transversale*
Cellules d'automne grossies



0 100 200 300 400μ

FIG. 6. Sapin vert. Coupe radiale. Goutte-
lettes derésine. (Barford)

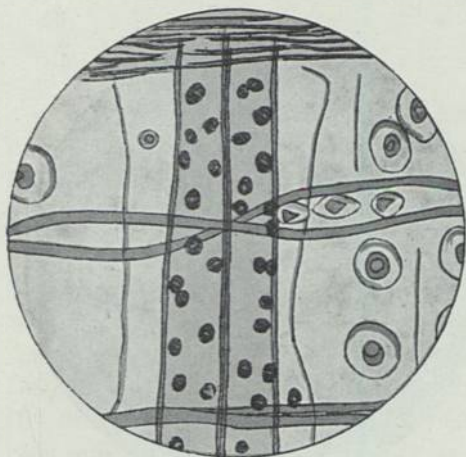


FIG. 7. Sapin vert. Coupe radiale
(Coloration au bleu de Toluidine.)

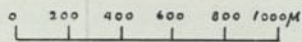
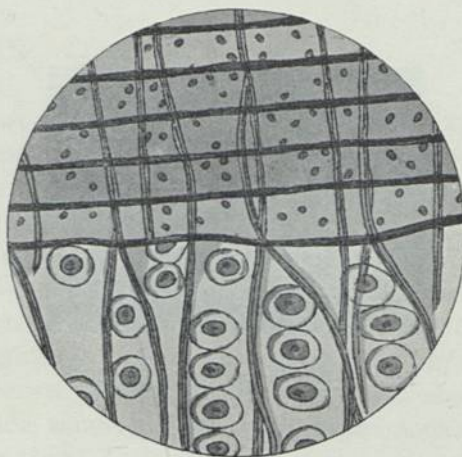


FIG. 8. Sapin vieux. Coupe radiale
(Coloration au bleu de Toluidine)



FIG. 10. Pouplier vert. Coupe radiale
Canaux médulaires grossis



FIG. 11. Pouplier vert.
Coupe radiale. Gellules

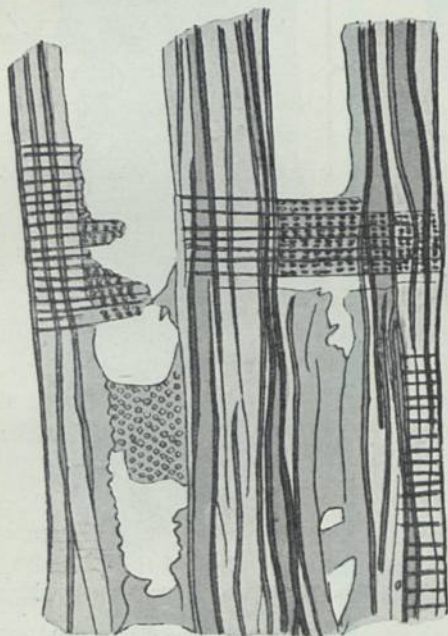


FIG. 9. Pouplier vert. Coupe radiale. Canaux médulaires



FIG. 12. Pouplier vert. Coupe radiale
(Coloration au carmin vert méthyle)

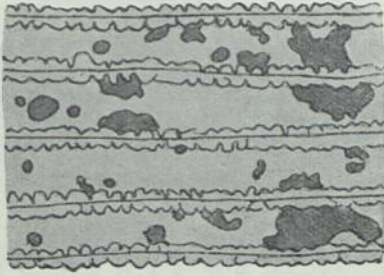


FIG. 13. Peuplier vert. Coupe radiale
(Coloration au Soudan III)

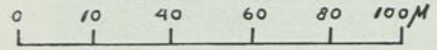
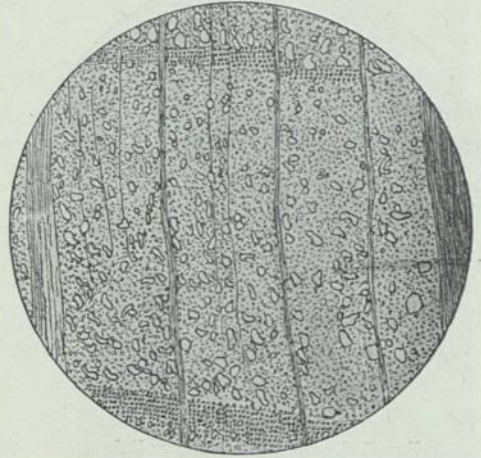


FIG. 14. Hêtre. Coupe transversale
Étude anatomique

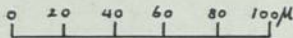
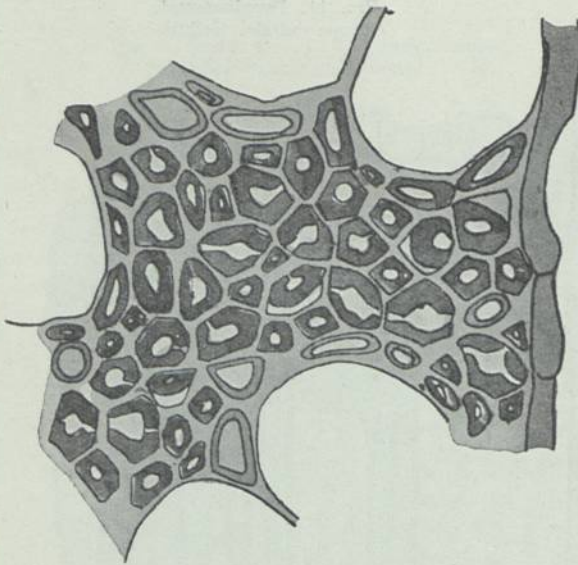


FIG. 15. Hêtre. Coupe transversale. Étude anatomique. (Cellules de zone de printemps)

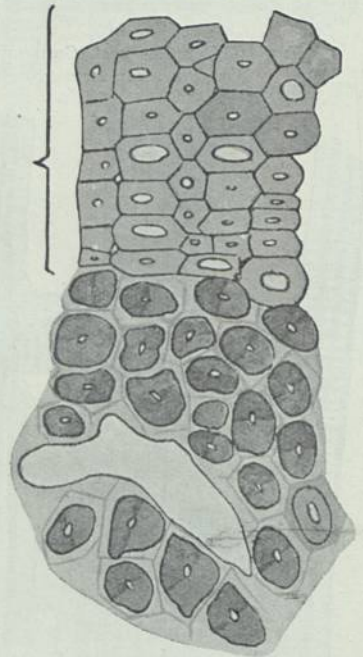


FIG. 16. Hêtre. Coupe transversale
Étude anatomique
(Cellules de zone d'automne)

SAPIN

a. En examinant au microscope les *coupes radiales* sous un grossissement de 125 diamètres, on distingue, dans les canaux médullaires des sapins verts, des *gouttelettes d'un liquide huileux* paraissant être une huile essentielle, alors que ces dernières ne sont pas observées dans les bois vieux (fig. 1).

b. *La forme des cellules d'automne* en coupe transversale est caractéristique. Ces dernières sont hexagonales et presque fermées dans le sapin vert ; elles se présentent sous forme rectangulaire et largement ouvertes dans le sapin vieux (fig. 2, 3, 4 et 5).

c. *La recherche des résines sur coupe radiale ou tangentielle* au moyen du *réactif de Barford* (acétate de cuivre acétique) fait ressortir, pour les sapins récemment abattus, une magnifique coloration vert émeraude, tandis que le bois sec donne, tout au plus, une coloration jaune à peine verdâtre (fig 6).

d. *La solution de bleu de toluidine légèrement acétique sur coupe radiale* fait apparaître de nombreuses et petites ponctuations bleues sur les canaux médullaires des sapins fraîchement abattus et qui ne se manifestent pas sur le sapin vieux (fig. 7 et 8).

En outre, si sur ce dernier, l'on examine les parois des canaux médullaires à un fort grossissement, on les distingue percées d'un grand nombre de petites fenêtres lenticulaires apparaissant comme des granulations brillantes sur le fond coloré de la préparation, tandis que, dans les sapins verts, ces petites fenêtres sont entourées d'une auréole colorée en bleu violacé.

PEUPLIER

a. Dans les *canaux médullaires*, on observe, en coupe radiale, de *nombreuses gouttelettes* ou amas d'une substance jaunâtre, pour le peuplier vert, et, peu ou point, pour le peuplier vieux (fig. 9, 10 et 11).

b. *L'emploi du carmin vert de méthyle* en solution très diluée colore le tissu fibreux en vert pâle et les gouttelettes et amas en vert foncé.

Le peuplier sec se colore uniformément (fig. 12).

c. On peut mettre également ces amas en évidence par le *soudan III* qui les colore en orangé (fig. 13), ou par *l'alkaline* et *l'écarlate R* colorant en rouge vif.

d. Une réaction très nette est obtenue par *l'azoblu* en solution alcaline qui teinte le fond de la préparation en violet tandis que les huiles apparaissent en jaune brunâtre.

ORME

a. *Caractérisation des sucs réducteurs.*

Si l'on fait bouillir une coupe radiale, prise de préférence dans l'aubier, avec la *liqueur de Fehling*, on peut observer, dans l'orme vert, que les rayons médullaires paraissent formés d'une *multitude de cristaux extrêmement petits d'oxydure de cuivre*, et en outre, ça et là, même en dehors des rayons médullaires, des cristaux plus volu-

mineux, qui peuvent être dus à des réactions accidentelles. Dans l'orme sec, on ne trouve pas cette multitude de petits cristaux à l'intérieur des rayons médullaires, mais seulement quelques gros cristaux disséminés. Les coupes pour ces recherches des sucres doivent être conservées dans l'alcool absolu et non dans des mélanges aqueux.

b. Sous les réserves indiquées plus haut de la connaissance des époques d'abatage et de débitage, on peut avoir recours à la caractérisation de l'amidon par la solution de Lugol.

Toutefois, en raison de l'incertitude qui provient de la connaissance incomplète de „l'histoire” des échantillons étudiés, ces expériences auraient besoin d'une confirmation par la connaissance précise des circonstances d'abatage et de l'âge de l'arbre.

HÊTRE

a. Sous les réserves indiquées plus haut de la connaissance des époques d'abatage et de débitage permettant d'envisager que l'amidon a pu disparaître ou non avec le temps, on peut avoir recours à la *caractérisation de l'amidon au moyen de la solution de Lugol*.

On opère sur *coupe transversale* qu'on fait préalablement bouillir dans l'eau distillée jusqu'à ce que le bois ait pris une teinte jaune rougeâtre. La coupe est montée au chloral lacto-phénol qui la décolore et l'éclaircit. La solution de Lugol fournit alors une teinte violette caractérisant l'amidon.

b. On peut déceler d'une manière analogue au sapin la quantité des *huiles essentielles* contenues dans le hêtre. Toutefois, cette recherche n'a pas présenté, jusqu'à ce jour, une précision suffisante pour conclure à des résultats bien certains.

c. Il résulte des recherches récentes de M. M. R. Lyon, G. Fron et M. Fournier ¹⁾, que les cellules du parenchyme ligneux et des rayons médullaires, provenant de certains arbres récemment abattus en hiver, apparaissent vides de tout contenu, alors que, dans les bois vieux, ces cellules contiennent des dépôts amorphes localisés entre les deux membranes. Ces derniers dépôts, formés de matières diverses, se colorent en bleu foncé par les sels ferriques, ce qui les apparente aux tanins (fig. 14, 15 et 16).

D'après ces expérimentateurs, les *bois vieux*, tout au moins pour les essences envisagées, *paraissent donc plus riches en tanin que les bois verts*.

Ils ont alors appliqué la méthode ionimétrique à une solution produite par la macération du bois dans des conditions déterminées. Cette méthode peut ainsi mettre en évidence le changement de la constitution chimique par la mesure de la concentration en ions H de la partie soluble dans l'eau (méthode du pH).

Les chiffres suivants ont été obtenus sur des échantillons dont on possédait tous renseignements d'origine:

¹⁾ Communication à l'Académie des Sciences du 14 Mars 1927 de M.M. R. Lyon, Fron et Fournier.

Hêtre vert	4,9 à 5,05	Hêtre vieux	4,4 à 4,8
Charme vert	5,2 à 5,6	Charme vieux	4,4 à 4,8
Orme vert	6,5 à 6,7	Orme vieux (1890)	5,2
Cormier vert	5 à 5,1	Cormier vieux	4,2
Poirier vert	5,6	Poirier vieux	4,4
Noyer vert	5,2	Noyer vieux	4,6
Epicéa vert	5,2	Epicéa vieux	4,6

Nous avons pu confirmer ces intéressants résultats par expériences analogues.

Ce procédé, par la *détermination du pH*, permet ainsi de caractériser les hêtres vieux des hêtres verts

FRÊNE

a. Sous les réserves indiquées plus haut de la connaissance de l'époque d'abatage et de débitage, la *coloration de l'amidon* peut être faite soit au microscope, qui décèle des grains sphériques ou ovoïdes très petits entourant les vaisseaux et constitués par l'amidon, soit en traitant une coupe transversale par une solution d'iode donnant une teinte caractéristique violette due à la présence de l'amidon.

b. *L'application de la méthode du pH* paraît devoir également s'appliquer au frêne. Des études sont en cours pour déterminer les chiffres correspondant à l'âge des bois de cette essence.

CHÊNE

a. Sous les réserves précédentes, la *présence de l'amidon* dans le bois vert pourrait être caractérisée au moyen de la solution de Lugol.

b. *La méthode du pH* pourrait s'appliquer au chêne.

Toutefois, ce dernier étant très riche en tanin, cette méthode manque de précision.

CONCLUSIONS

Depuis longtemps, on s'est préoccupé de faire subir, aux bois récemment abattus, un traitement approprié pour leur faire acquérir rapidement les qualités recherchées dans les bois vieillis naturellement.

C'est ainsi que sont pratiquées les opérations telles que: le séchage à l'air, le dessevage à la vapeur, etc. Mais ces traitements sont insuffisants pour réaliser les diverses transformations que subissent les éléments constitutifs du bois avec le temps.

En France on utilise depuis quelques années les propriétés oxydantes de l'ozone. Plusieurs procédés industriels sont en usage; ils consistent à soumettre les échantillons à l'influence d'air ozonisé. La durée du traitement est de 3 à 5 semaines, suivant l'épaisseur des pièces.

On suit la marche du traitement en effectuant des prélèvements successifs.

Il résulte des expériences que nous avons commencées en 1917 que la différenciation peut s'établir soit par l'examen microscopique des cellules, soit par des procédés chimiques de recherche d'huiles essentielles, de résines, de tanin, etc. . Toute fois, pour l'amidon, des réserves sur les premiers résultats obtenus à cette époque, sont à faire. Récemment M. M. R. Lyon, G. Fron et Fournier ont proposé une méthode par la mesure du pH de la partie soluble dans l'eau.

L'objet du présent Rapport est d'attirer l'attention sur les importants avantages que l'on peut retirer du vieillissement rapide artificiel des bois et sur l'intérêt des recherches de procédés de différenciation dans l'état de leur vieillissement naturel ou artificiel.

DISCUSSION

Monsieur L'ING. TJADEN, Amsterdam

Je voudrais demander à M. Cellier en rapport avec son discours, ce qu'il sait des résultats de la méthode Nodon, une méthode électrique pour le vieillissement artificiel et le séchage des bois, Cette méthode est-elle beaucoup appliquée, et, s'il en est ainsi, dans quelles conditions?

M. CELLIER

répond, qu'il n'est pas au courant de la méthode Nodon. Peut-être y a-t-il erreur sur le nom; quoi qu'il en soit, les procédés actuels opèrent successivement: la déshydratation du bois, et l'oxydation des matières susceptibles de se modifier dans le bois avec le temps.

Une quantité de bois est entassée dans une étuve, où l'on fait circuler de l'air, mêlé d'ozone. L'épaisseur du bois peut se monter à 20 c.m. L'entrée de l'air ozonisé peut être réglée très facilement d'une manière automatique, de sorte qu'un nombre très restreint de personnes suffit pour surveiller le procédé.

Il attire l'attention sur la nécessité de contrôler fréquemment les dosages de l'air ozonisé introduit, la pression, l'humidité, la variation de poids d'un échantillon témoin, etc.

ON SOME ELASTIC PROPERTIES OF LAMINATED WOOD FOR CONSTRUCTIONAL PURPOSES

by

DR. IR. E. B. WOLFF

and

IR. L. J. G. VAN EWYK

INTRODUCTION

Wood is used in a great many cases as a material of construction, but it is generally known that the mechanical and elastic properties are such, that only when the dimensions of the different parts can be taken so large that the stresses remain small, danger of rupture of the structure is avoided. On the other hand wood has several very valuable properties, that make that it should be of great interest if means could be found to avoid these defects.

As wood is a natural product and depends for its structure on the way nature has given it opportunities to grow, so that more or less periodic changes in the climate have their influence on the structure, the first thing to be done is to make an extremely careful selection. In wooden beams defects owing to irregularities in the growing or the detrimental influence of storms, fungi, insects etc. can occur. In case a piece of wood is absolutely sound, there remain as principal drawbacks against use for structural purposes the irregularities due to the grain and the fact that the water content influences the mechanical properties in a marked degree.

Against this last fact a treatment with some kind of varnish can be sufficient to guard against changes in moisture content.

In most kinds of wood the irregularities of the grain are such that it is impossible to take these into account. In view of all these points it is clear that the search by different industrial workers to make use of the good qualities and to guard against the evil ones has lead in different directions.

One of these is the method to make use of carefully selected small pieces of wood and joining them together by means of glue or bolts.

In this manner the selection can be far better than when logs or planks of fairly

large dimensions are inspected and the inevitable differences in the direction of the grain can be neutralised. Beams of laminated wood have been extensively used in the construction of airplanes and air-ships.

The calculation of the stresses in different parts of beams under a certain loading is only possible when the elastic properties of the material are known and when one can make a reasonable assumption about the differences in these properties that are liable to occur.

In view of this fact several series of experiments have been done by the authors with test pieces made of laminated wood.

DESCRIPTION OF THE TEST PIECES AND METHOD OF TESTING

Although wood is used under the most varying conditions in constructions and it will be interesting to study the properties under different kinds of static and dynamic loading, the research has been limited to the case of static bending and compression.

Tensile tests are not of great importance as wood is very seldom used such as to make these tests necessary, where as in bending the tensile stress is not the most dangerous one. Dynamic and fatigue tests, although of great interest, have not been finished just yet.

Two kinds of wood: spruce and pine were taken, a spruce-log of 4,5 m. \times 15 cm. \times 15 cm, and a pine-log of 2 m. \times 40 cm. \times 7 cm., having been carefully selected out of a large party of logs.

Both kinds of wood have a remarkable regular grain and can be procured in great length with only slight deviation of the grain from the direction of the longitudinal axis.

Test pieces were cut out by sawing, planing and carefully finishing. Test-bars of 100 \times 5 \times 2½ cm. were used for the bending tests. After carefully finishing the lamellae these were joined together with a casein glue. For the glueing only brands of first quality were used, to know: Hansa-Brandenburg, Avionine and also Luwart. It was ascertained by special tests that these brands can be used indiscriminately. Still in the tables of results the brands are mentioned.

After glueing, the bars were tightly pressed by means of clamps; these were removed after a certain time and the bars were left for a period of at least 7 days before testing.

As the whole research took some 5 months, several testbars have been tested long after they had been glued. It was proved that the influence of this delay is negligible. Tests of a same bar with 4 months distance gave concordant results.

During the tests the temperature of the room was noted every time and from each of the bars the moisture content was determined. The bending tests were taken in two different ways i.e. as three point and four point bending test.

The three point bending-test, where the test-bar is fixed on two supports at both ends and loaded in the middle, is by far the easiest to execute. However it has as

disadvantage that the loaded part is stressed in tension and compression combined with shear.

In the four point bending-test the highest stressed part of the bar between the two middle points of loading is stressed over the whole length by an equal moment. The distribution of the stress is more regular and can be better calculated. For wood that has extremely different elastic properties in different directions and for different kind of stresses, it is of great importance to take a method of testing that gives a well defined and simple stress-distribution. The deformations of the bars have been determined by means of a non-recording deflectionmeter (fig. 2), fixed to the bar by gramofone-needles inserted at the correct distance in the neutral plane. The instrument was read after every 25 kg. increment of load. A series of experiments was made with different accurate meters to study the instrument and measure the accuracy.

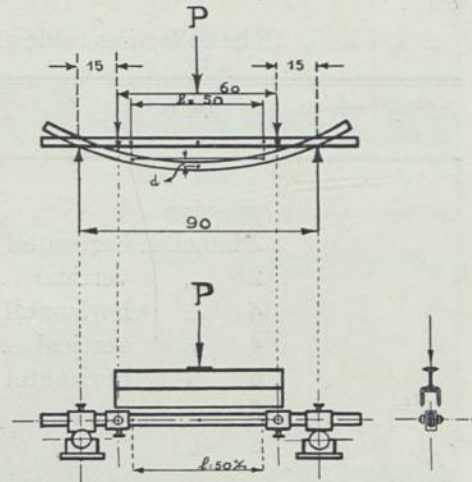


FIG. 1. Arrangement of the bending test with four-point loading

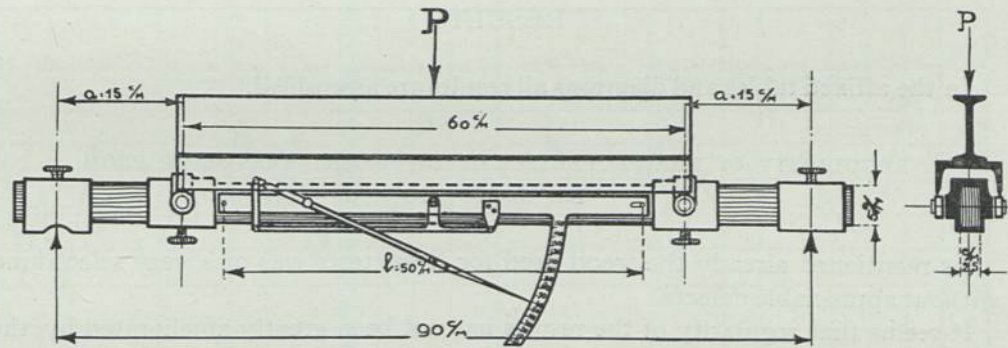


FIG. 2. Apparatus used for measuring the deflections

stress where failure on the compression-side begins and the breaking load were plotted for every bar.

From the broken pieces compression test pieces $6 \times 5 \times 2,5$ cm. were made and after the compression test, the moisture-content was determined.

Bars were tested from plain wood and with different number of laminations and

different direction of laminating, All test pieces were cut parallel to the grain. Attention was given to the direction of the annual rings. In the massive bars samples with these rings in different directions, also horizontal, were taken. It proved that this difference of direction has no appreciable influence on the results.

The following table gives an aperçu of the test-bars

	Number of testbars	
	spruce	pine
massive	8	9
2 lamellae horizontal .	4	4
2 „ vertical . .	2	2
4 „ horizontal .	4	4
4 „ vertical . .	2	2
6 „ horizontal .	2	2
8 „ „ .	2	2
16 „ „ .	2	2
	in total 53 bars.	

In total ± 200 three point and ± 200 four point bending tests, 106 compression tests and 50 humidity tests were made. During the experiments for determining the elastic properties the moisture-content was found by taking other samples of the same wood for the humidity test

RESULTS

In the affixed tables and diagrams all results are assembled.

REGULARITY OF THE PROPERTIES OF DIFFERENT BARS MADE FROM THE SAME LOG

As mentioned already the wood used for these tests was of a very select kind without appreciable defects.

It seems that regularity of the results has not been greatly ameliorated by the laminating. Even with laminated-wood-constructions a fairly large margin of safety must be taken in order to be quite sure that a certain limit f. i. limit of proportionality can be used in the calculation. Nevertheless it is probable that massive bars from wood that has not been selected with such care will show far greater differences. Furthermore it is quite certain that the danger caused by internal defects will be greatly lessened by the laminating.

Fig. 5. Results of the breaking tests

Line 1. Proportional limit. Line 2. Load by which a first crack was observed.
Line 3. Limit of rupture

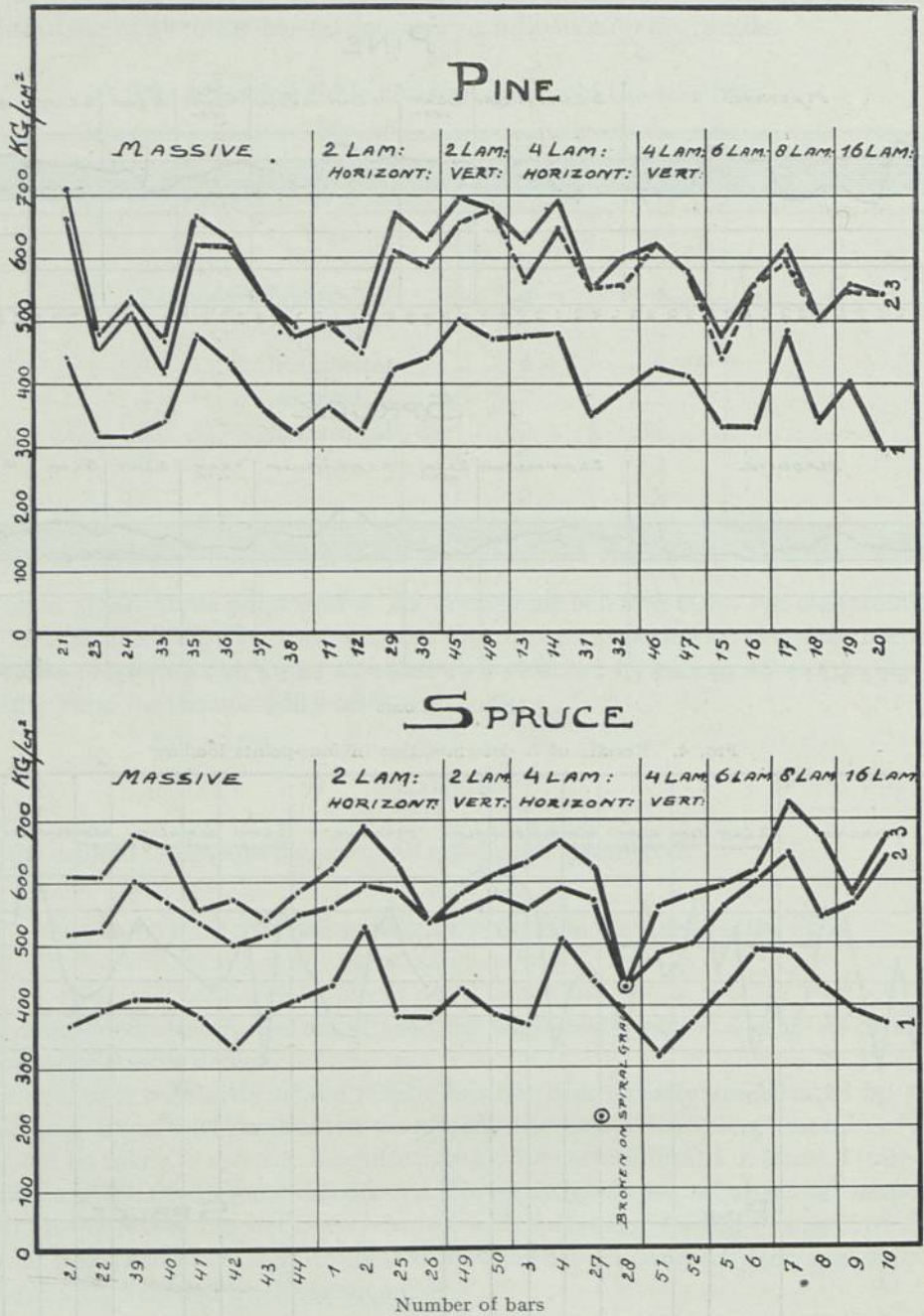
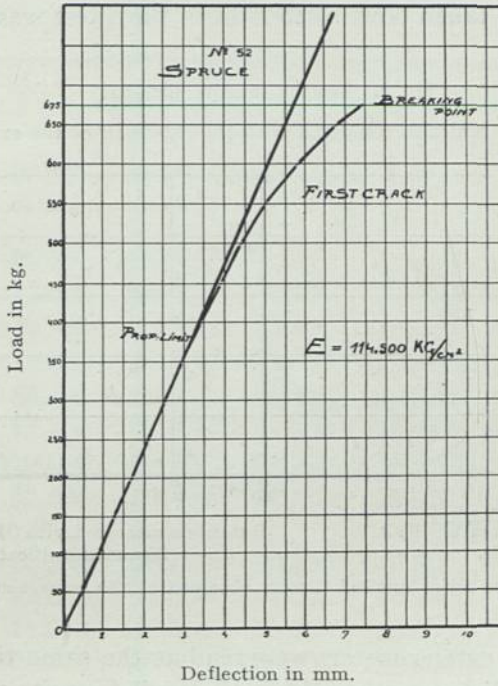


FIG. 6. Determination of proportional limit in four-point bending test



ELASTICITY OF THE MATERIAL

It was found that the fact, already mentioned by several scientists, that wood is elastic through a wide range of deformation up to a short distance from the breaking stress (Rabozée) is true as well for the massive as for the laminated bars.

Even if a fairly heavy load remains during some time, or if, after loading and unloading, a certain lapse of time (f.i. 5 minutes) passes before reloading, the diagrams show only very small differences. Bending tests repeated on the same bar after a period of some months gave corresponding results.

After surpassing the load where the stress-deformation line deviates from a straight line a greater load can be supported before the first crack visible to the naked eye starts from the compression side of the test bar. For the greater part of the loading diagram the material seems to be almost absolutely elastic.

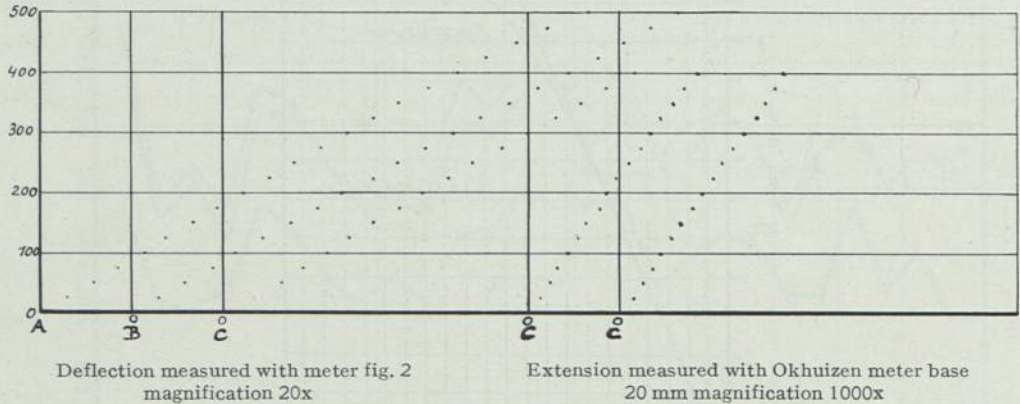
Shortly after surpassing the charge where the compression cracks appear, the test bar fails suddenly by a crack starting from the tension side of the bar.

With a view to ascertain, if by making use of more accurate instruments deviation from the straight stress-deformation line could be detected and at the same time to measure any differences between the strain in the outer layers of the compression and tension sides, some bending tests were made with Okhuizen ex-

tensometers fixed one on each side of the bar. Fig. 7 shows the results for one of the test bars. At first two tests were made without extensometers and the stress-deformation lines were taken down. After this a third test was made; the deflec-

FIG. 7. Test on massive pine-bar

Deflection of the neutral axis compared with the extension of the external fibres



Deflection measured with meter fig. 2
magnification 20x

Extension measured with Okhuizen meter base
20 mm magnification 1000x

The three series marked C were obtained at the same time.

tionmeter and the two extensometers were read at the same time and the three lines, marked C in the diagram, were obtained. It will be quite clear from this that no deviation of any importance was detected.

COMPARISON OF THE ULTIMATE COMPRESSION STRESSES IN BENDING WITH THOSE FOUND FROM THE COMPRESSION TESTS

In comparing the compressive stress calculated from the bending test at the point of the diagram where the compression cracks appear with the ultimate stress found from the compression tests, it appears that there is a fairly constant ratio between these two. This ratio may be called the "form factor" for this form of test bar. It seems to be the same for the massive as for the laminated bars. The number of laminations is of no importance in this respect.

TABLE No. 1

Modulus of elasticity of spruce

No.	Number of laminations	3-point-bending			4-point-beinding			Glue 1)
		1st test	2nd test	mean value	1st test	2nd test	mean value	
21	massive	109.500	109.000	121.000	121.000	115.700	118.300	
22	"	113.000	128.300	120.600	126.000	126.000	126.000	
39	"	124.500	123.300	123.900	141.500	141.500	141.500	
40	"	114.300	111.500	112.900	133.200	129.500	131.400	
41	"	86.500	90.200	88.300	104.000	102.500	103.700	
42	"	92.400	90.200	91.300	104.000	105.300	104.600	
43	"	102.000	100.500	101.200	118.300	116.800	117.500	
44	"	107.800	109.000	108.400	126.000	127.700	126.800	
1	2 lam. hor.	130.500	128.300	129.400	143.500	141.500	142.500	1
2	idem	93.600	94.500	94.000	94.200	97.700	95.900	1
25	idem	114.000	118.000	116.000	133.000	135.500	134.200	3
26	idem	108.500	107.500	108.000	122.000	122.000	122.000	3
49	2 lam. vert.	99.500	117.000	108.200	117.000	117.000	117.000	3
50	idem	107.000	109.600	108.300	120.200	120.200	120.200	3
3	4 lam. hor.	118.600	114.300	116.400	126.500	127.300	126.900	1
4	idem	128.500	126.500	127.500	130.000	132.000	131.000	1
27	idem	116.500	122.800	119.600	137.000	138.500	137.700	3
28	idem	111.000	123.300	117.100	124.300	127.500	125.900	3
52	4 lam. vert.	99.500	99.500	99.500	120.200	120.200	120.200	3
5	6 lam. hor.	114.400	111.300	112.800	118.800	118.800	118.800	1
7	8 lam. hor.	140.000	145.200	142.600	159.000	158.500	158.700	1
8	idem	115.300	127.500	121.400	135.500	135.500	135.500	1
9	16 lam. hor.	123.200	117.500	120.300	135.000	141.000	138.000	2
10	idem	132.500	135.500	134.000	145.500	148.000	146.700	2

N.B. The moisture content as determined during this tests varied from 12.8 to 13.8 %; mean value 13.3 %.

1) The numbers in this column indicate the brand of glue used for the test piece: no. 1 Luwart Glue; no. 2 avonine Glue; no. 3 Hansa Brandenburg.

TABLE No. 2

Modulus of elasticity of pine

No.	Number of laminations	3-point-bending			4-point-bending			Glue ¹⁾
		1st test	2nd test	mean value	1st test	2nd test	mean value	
21	massive	123.000	114.300	118.600	136.000	133.700	134.800	
23	„	91.500	94.800	93.100	104.000	103.500	103.700	
24	„	103.400	103.300	103.300	125.000	129.500	127.200	
33	„	81.500	79.200	80.300	95.700	92.800	94.200	
34	„	102.700	97.200	99.900	116.300	116.300	116.300	
35	„	121.300	120.000	120.600	140.200	140.200	140.200	
36	„	129.000	126.600	127.800	141.000	141.000	141.000	
37	„	96.500	96.500	96.500	116.600	116.600	116.600	
38	„	88.200	90.200	89.200	104.000	104.000	104.000	
11	2 lam. hor.	92.000	92.000	92.000	116.400	117.600	117.000	1
12	idem	89.700	91.000	90.300	95.400	100.000	97.700	1
29	idem	122.000	127.300	124.600	135.700	135.700	135.700	3
30	idem	108.300	110.000	109.100	123.200	123.200	123.200	3
45	2 lam. vert.	128.300	129.000	128.600	150.500	145.000	147.700	3
48	idem	111.500	109.800	110.600	123.600	129.600	126.600	3
13	4 lam. hor.	114.600	102.000	108.300	121.300	120.000	120.600	1
14	idem	131.500	112.000	121.500	143.500	143.500	143.500	1
31	idem	91.300	92.000	91.600	108.000	101.000	104.000	3
32	idem	100.000	99.000	99.500	116.300	116.500	116.400	3
46	4 lam. vert.	108.700	108.700	108.700	124.300	125.000	124.600	3
47	idem	100.000	101.500	100.700	119.000	119.000	119.000	3
15	6 lam. hor.	87.500	85.300	86.400	101.000	99.200	100.100	1
16	idem	13.500	121.500	117.500	144.300	140.000	142.100	1
17	8 lam. hor.	129.500	121.500	125.500	152.500	148.600	150.500	1
18	idem	125.600	131.500	128.500	145.000	141.000	143.000	1
19	16 lam. hor.	120.300	115.600 124.000	117.900 122.100	152.500	152.500	152.500	1
20	idem	129.500	127.500	128.500	146.000	151.500	148.700	1

N.B. The moisture content as determined during this tests varied from: 12.7 to 13.4 %; mean value 12.9 %.

¹⁾ The numbers in this column indicate the brand of glue used for the test piece: no. 1 Luwart Glue; no. 2 Avionine Glue; no. 3 Hansa Brandenburg.

TABLE No. 3

Bending tests on laminated spruce bars

No.	Prop. limit kg/cm ²	First cracks occur at compr. side at kg/cm ²	Ultim. stress in bend. kg/cm ²	Prop. limit: Ult. bend. str.	specif. gravity	Ult. bend. str.: spec. gravity	Mean value.	Glue ¹⁾
21	370	520	610	0.60	0.43	1420	Massive	
22	394	525	610	0.65	0.42	1450	"	
39	412	605	680	0.60	0.42	1620	"	
40	412	570	660	0.62	0.44	1500	"	
41	390	536	558	0.70	0.43	1300	"	
42	333	500	575	0.58	0.43	1335	"	
43	393	525	540	0.73	0.42	1285	"	
44	410	547	584	0.70	0.46	1270	"	
1	435	560	620	0.70	0.44	1410	2 lam. horizont.	1
2	530	595	692	0.77	0.45	1538	idem	1
25	385	585	630	0.61	0.46	1370	idem	3
26	384	—	534	0.72	0.45	1186	ldem	3
49	428	550	580	0.74	0.44	1318	2 lam. vertic.	3
50	388	575	610	0.64	0.45	1355	idem	3
3	370	555	630	0.59	0.46	1368	4 lam. horizont.	1
4	510	580	667	0.76	0.49	1360	idem	1
27	438	570	621	0.71	0.45	1380	idem	3
28	375	—	430	0.87	0.45	955	idem	3
51	315	482	560	0.56	0.46	1215	4 lam. vertic.	3
52	370	498	577	0.64	0.47	1228	idem	3
5	420	560	593	0.71	0.44	1350	6 lam. horizont.	1
6	490	598	617	0.79	0.44	1400	idem	1
7	485	645	727	0.67	0.48	1515	8 lam. horizont.	1
8	430	543	670	0.64	0.47	1415	idem	1
9	390	562	575	0.68	0.50	1150	16 lam. horizont.	2
10	370	638	670	0.55	0.52	1288	idem	2

N.B. The moisture-content as determined immediately after the test varied from 14.2 to 16.2 %; mean value 15.1 %.

¹⁾ The numbers in this column indicate the brand of Glue used for the test piece: no. 1 Luwart Glue; no. 2 Avionine Glue; no. 3 Hansa Brandenburg.

TABLE No. 4

Bending tests on laminated pine bars

No.	Prop. limit. kg/cm ²	First cracks occur at compr. side at kg/cm ²	Ultim. stress in bend. kg/cm ²	Prop. limit.: Ult. bend. str.	specif. gravity	Ult. bend. str.: spec. gravity	Mean value	Glue ¹⁾
21	442	662	707	0.62	0,54	1316	Massive	
23	316	455	477	0.66	0.38	1255	„	
24	316	512	535	0.59	0.43	1243	„	
33	341	417	467	0.73	0.54	863	„	
35	477	620	647	0.74	0.48	1347	„	
36	432	615	628	0.69	0.48	1308	„	
37	360	532	538	0.67	0.43	1250	„	
38	320	475	490	0.65	0.41	1195	„	
11	362	—	494	0.73	0.40	1235	2 laminat. horizont.	1
12	321	448	497	0.65	0.39	1272	idem	1
29	423	608	670	0.63	0.48	1396	idem	3
30	438	585	628	0.7	0.45	1395	idem	3
45	503	655	696	0.72	0.47	1480	2 laminat. vertic.	3
48	473	—	678	0,7	0.50	1356	Idem	3
13	477	562	625	0.76	0.45	1388	4 laminat. horizont.	1
14	480	647	688	0.7	0.53	1298	idem	1
31	348	—	550	0.63	0.43	1280	idem	3
32	388	555	600	0.65	0.43	1395	idem	3
46	424	—	620	0.68	0.47	1320	4 laminat. vertic.	3
47	410	—	577	0.71	0.44	1310	idem	3
15	330	440	475	0.69	0.44	1080	6 laminat. horizont.	1
16	331	—	557	0.59	0.46	1210	idem	1
17	485	595	618	0.81	0.49	1262	8 laminat. horizont.	1
18	337	—	503	0.67	0.48	1050	idem	1
19	403	545	558	0.72	0.52	1073	16 laminat. horizont.	1
20	295	—	542	0.54	0.53	1022	idem	1

N.B. The moisture content as determined immediately after the test varied from 13.2 to 15.7 %; mean value 14.4 %.

¹⁾ The numbers in this column indicate the brand of glue used for the test piece: no. 1 Luwart Glue; no. 2 Avionine Glue; no. 3 Hansa Brandenburg.

TABLE No. 5

Compression tests on laminated spruce test pieces

No.	Number of laminations	Ultimate compressive stress kg/cm ²	Ult. compr. stress specific gravity	Ult. stress bend: Ult. str. compr. (form. factor)	Glue ¹⁾ .
21	massive	335	772	1.8	
22	"	334	788	1.8	
39	"	370	880	1.8	
40	"	330	743	2.—	
41	"	310	748	1.8	
42	"	317	732	1.8	
43	"	312	751	1.7	
44	"	342	738	1.7	
1	2	360	808	1.7	1
2	2	391	867	1.8	1
25	2	372	810	1.7	3
26	2	353	790	1.5	3
49	2 (vertic.)	315	713	1.8	3
50	2 "	325	716	1.9	3
3	4	390	847	1.6	1
4	4	438	884	1.5	1
27	4	374	806	1.7	3
28	4	375	820	1.1	3
51	4 (vertic.)	330	729	1.7	3
52	4 "	330	708	1.7	3
5	6	372	834	1.6	1
6	6	387	863	1.6	1
7	8	382	755	1.9	1
8	8	405	872	1.7	1
9	16	372	758	1.5	2
10	16	421	813	1.6	2

N.B. The moisture content as determined immediately after the tests varied from: 13.6 to 16 %; mean value 14.6 %.

¹⁾ The numbers in this column indicate the brand of glue used for the test piece no. 1 Luwart glue; no. 2 Avionine glue; no. 3 Hansa Brandenburg.

TABLE No. 6

Compression tests on laminated pine test pieces

No.	Number of laminations	Ultimate compressive stress kb/cm ²	Ult. compr. str.: spec. gravity	Ult. str. bend.: Ult. str. compr. (form-factor)	Glue ¹⁾
21	massive	435	793	1,6	
23	"	275	715	1,7	
24	"	320	740	1,7	
33	"	286	530	1,6	
35	"	392	817	1,6	
36	"	430	890	1,5	
37	"	301	718	1,8	
38	"	316	763	1,6	
11	2	308	775	1,6	1
12	2	295	748	1,7	1
29	2	396	822	1,7	3
30	2	360	790	1,7	3
45	2	391	835	1,8	3
48	2	399	792	1,7	3
13	4	401	896	1,6	1
14	4	440	813	1,6	1
31	4	331	761	1,7	3
32	4	371	846	1,6	3
46	4	393	825	1,6	3
47	4	358	810	1,6	3
15	6	318	728	1,5	1
16	6	370	802	1,5	1
17	8	387	783	1,6	1
18	8	391	800	1,3	1
19	16	418	800	1,3	1
20	16	410	748	1,3	1

N.B. The moisture content as determined immediately after the tests varied from 13.7 to 14.4 %; mean value 14 %.

¹⁾ The numbers in this column indicate the brand of glue used for the test piece: no. 1 Luwart glue; no. 2 Avionine glue; no. 3 Hansa Brandenburg.

CONCLUSIONS

1. The practical elastic limit is not far from the breaking stress.
2. Owing to the low modulus of elasticity in regard to metals wooden parts calculated to have the same margin of safety against static loads can stand a far greater deformation.
3. Bars, built up from separate lamellae, have the same elastic properties as massive bars of equal dimensions made from the same log.
4. Laminating gives the advantage that it is possible to make a far better selection of the wood, so that defects can be detected more easily. If small undetected defects remain in one of the lamellae its effect will be of less importance.
5. Furthermore it is possible to use parts of logs or planks, when in massive construction slight defects should cause dejection of the whole.
6. Laminations of a thickness of 1 cm. are sufficient to obtain the best results.
7. Horizontal or vertical laminating of parts stressed by bending seems to give the same results.
9. The compressive stress that can safely be used in calculating constructional parts built up from laminated wood is for the kind of spruce and pine investigated appr. 300 kg/cm²., This will correspond with a maximum safe compression stress in bending test-bars of rectangular form ($2\frac{1}{2} \times 5$ cm.) for spruce and pine of 500 kg/cm². The "form factor" was found to be 1.7 for spruce and 1,6 for pine.

DISCUSSION

Prof. DRESDEN, Haag

I notice, that most of the slides you showed, refer to 4 point tests, in which pure bending is caused in the middle part. Did you find greater differences in behaviour between massive and built-up bars in the 3 point tests, where the layers of glue cause discontinuities in the shearing forces?

Dr. WOLFF

The differences, found in three-point bending are greater than these, found in four-point tests, but the difference is not large.

M. CELLERIER, Paris

Avez-vous fait aussi des essais de choc? Ce sont des essais très importants, dont nous nous occupons principalement dans la commission de normalisation française, dont je suis le président. Il faut comparer les résultats avec le poids spécifique, comme on obtient des valeurs relatives, c'est à dire relatives au poids spécifique.

Dr. WOLFF

Nous avons fait aussi des essais de choc de l'essence de bois, qui a servi pour nos essais, mais nous n'avons pas encore fait une série systématique d'essais de choc.

Nous nous servons pour nos essais réguliers d'une machine type Izod, comme mentionnée dans les British Standard Specifications.

ORIGIN AND DEVELOPMENT OF A. S. T. M. TESTS AND SPECIFICATIONS FOR TIMBER

by

J. A. NEWLIN ¹⁾

In Charge, Section of Timber Mechanics, Forest Products Laboratory, Forest Service, U. S. Department of Agriculture, Madison, Wisconsin. Acknowledgement is made to Mr. J. M. Gahagan of the Forest Products Laboratory for his assistance in preparing this paper

The standard test procedure and specifications for timber of the American Society for Testing Materials are the expression of experience gained through both individual and cooperative effort in Europe and America. A brief outline of the history of timber tests, including the various conceptions of their purpose at different times in their development, will afford a better appreciation of the significance of these standards.

Research in the strength of timber was proceeding at government and private laboratories in the United States as early as 1875, yet the development leading to the present A. S. T. M. timber testing standards can scarcely be said to have begun before 1891. At that time B. E. Fernow, Chief of the United States Forestry Division, the organization from which the present U. S. Forest Service was developed, conceived a forestry program ²⁾ which contained as one of its major objectives a more complete determination of the principal strength properties of American timber. His plan contemplated cooperative tests at a number of laboratories at universities and elsewhere, no specialized government timber testing laboratory having been established at that time. The tests that had been previously conducted by T. P. Sharpless, Colonel Laidly, Professor Lanza, and others were comprehensive as regards properties studied, but, because of limitations in the underlying purpose and neglect of factors which are now known to influence the strength of wood, they were perhaps more suggestive than conclusive. They had, however, an important bearing on subsequent test procedure, particularly in revealing the broader engineering purpose that needed to be served.

The European background of timber testing covered approximately 200 years and included outstanding contributions from such investigators as Parent, Mutschenbroeck, Dupin, Bevin, Chevandier, Wertheim, and Rudeloff. A plan of re-

¹⁾ Read at the Congress by Mr. W. H. Fulweiler.

²⁾ See U. S. Department of Agriculture Bulletin 6, „Timber Physics”, page 29.

search very similar to Fernow's was formulated in Prussia at about the same time, but quite independently.

Throughout its history in America the development of timber testing procedure has been concurrent with and governed by a growth in conception of the underlying purpose of the tests and also in comprehension of the factors involved.

STANDARDIZATION OF TESTS BY THE UNITED STATES GOVERNMENT

As has already been suggested, at the time Fernow organized his plan of forestry no general agreement had been reached among the exponents of timber testing in America as to the proper function of such tests ¹⁾. One group, including forestry officials, advocated tests for the purpose of revealing the various normal strength properties of the different species of wood and also the effect on strength of conditions of growth and other factors. With this conception there became intimately associated the idea that many small test specimens of the different species should be used in order to afford average values. Another group of experts maintained a somewhat different point of view regarding the function of tests, whether conducted by the government or otherwise. They insisted that, although timber tests incidentally should yield the information previously mentioned, they should be made primarily to yield data directly applicable to the needs of the engineer and architect; that is, tests should be made on full-sized specimens of the type used for construction purposes, the timbers to be selected in the markets rather than from the forests. It was maintained, quite logically, that only tests of this kind afford practical data for the engineer and architect.

From the point of view of foresters it seemed quite expensive and impractical, although possible, to accomplish the purpose of timber tests by using large specimens, while from the engineers' point of view tests of large pieces were imperative. Each group had sought to meet the demands of the other to a certain extent by varying the size of the test specimens, although at the time the distinction between "small-size" and "large-size" specimens was not clearly defined. For instance, specimens 4 inches square and containing the defects common to the species were included in tests of "small" members.

Prof. J. B. Johnson of Washington University (St. Louis), who formulated the first detailed testing procedure ²⁾ under Fernow's general plan, emphasized particularly the forestry aspect of the problem, although he himself was a civil engineer. It was hoped that by following his plan definite information might be obtained regarding the physical (including mechanical) and chemical properties of most of our American woods. The procedure required numerous tests of "small specimens" (nominally 4 inches square) and only a limited number of tests of timbers in larger sizes. Special attention was given to the selection of test specimens in order to establish botanical criteria that would be of value in the analysis of the test data.

¹⁾ See A.S.C.E. Transactions, 1903, pp. 67—101.

²⁾ See U. S. Department of Agriculture Bulletin 6, p. 31.

After the testing work had continued for about five years under Professor Johnson's general supervision, a lull in public interest reduced appropriations for research to a point which stopped the work until about 1902, when it was resumed with Dr. Hermann von Schrenk in charge of the newly established Division of Forest Products and Dr. W. K. Hatt, of Purdue University, directly in charge of timber testing. Dr. Hatt held that both the opinions that still prevailed in regard to the proper function of government-directed timber tests were fundamentally correct. He took exception, however, to some of the test methods that had been inaugurated. He considered tests of large structural timbers necessary to furnish a particular type of data and tests of small specimens necessary to afford a different kind of data. The two types of tests he considered quite independent of each other, and he also maintained that no attempt should be made to amalgamate them by compromising on size or specimen or by permitting defects in the small specimens. According to his conception, government timber tests should be of three kinds, namely:

1. Tests of small clear specimens to show the relation between physical and mechanical properties, and to afford data from which to compute theoretically the strength of timbers under different methods of loading and from which to judge the quality of wood by inspection.
2. Tests of large timbers and of small clear specimens cut from them to determine the weakening effect of defects and to provide strength values for use in design.
3. Tests of timber in manufactured forms, such as vehicle parts, handles, and the like.

According to opinion more or less current at the time, the objective of the first group could be accomplished by relatively few tests of small clear specimens. It was thought that the relations among the various strength properties could be established for each species and that these relations would probably be found to hold throughout large groups of species. The opinion was quite common that by means of a very few simple tests, such as compression parallel to the grain or the hardness test developed by Gabriel Janka, it would be possible to determine all the strength properties of an entire tree and perhaps even of a species.

The objective of the second group was thought to require exhaustive tests in order to determine the influence of defects and other factors on the strength of structural timbers of the different species and to afford information required in specifying structural grades.

In order to obtain a critical review of the proposed test procedure, Dr. Hatt submitted his plan to leading authorities in different fields of engineering and to organizations such as the International Association for Testing Materials, the American Society of Civil Engineers, and the American Society for Testing Materials; the last had recently been changed from a branch of the I. A. T. M. to an independent organization. The methods used in the former cooperative tests were embodied in the new procedure only in so far as they met the new requirements. Particular care was exercised to secure clear material for the small test specimens. For the tests of timbers, specimens of the actual structural sizes commonly used in heavy con-

struction, such as railway bridge and trestle work, were required. The point of application of the load was changed, after a time, from the center to the one-third points, since with the latter loading the stresses are equalized over a large portion of the beam, a fact which permits a more ready determination of the effect of defects than is possible with centre loading. Furthermore, the third-point loading permits the use of loading blocks of sufficient size to prevent serious crushing, without introducing any appreciable error into the calculation of the bending moment. The importance of proper selection of material, rate of loading, careful moisture determinations, and uniformity in treatment of the specimens was also taken into account.

After the testing work had progressed for some time under Dr. Hatt's régime and after numerous experiments in the technic of timber testing had been carried out, conclusions on the subject were summarized by the Forest Service (as the government forestry organization is now known) in Circular No. 38, "Instructions to Engineers in Timber Tests," which was published in 1905¹). The primary purpose of that publication was to standardize the technic of the Forest Service timber testing which was then in active progress at various laboratories throughout the country.

In 1910 the timber testing work of the U. S. Forest Service was centralized in a Forest Products Laboratory at Madison, Wisconsin, an event which marks a third period in the development of standard test methods. The writer, who had been associated with Dr. Hatt in timber tests at Purdue University, was placed in charge of the "Timber Mechanics" section of the new laboratory. Circular No. 38 was still in use as a guide for the testing work, but experience had suggested some valuable additions and alterations. The importance of the three types of testing work involved in Dr. Hatt's plan was still evident, but an entirely different idea of the magnitude of the problem involved in the tests of small clear specimens had developed. In the new conception the need for an exhaustive study of many small clear specimens rather than such a study of relatively few was first clearly recognized. Experience had fully demonstrated that the suggestion by Fernow, Janka, and others that numerous kinds of tests might be replaced by a single test could not be substantiated in fact. On the contrary, it was found that the relation between the different strength properties is, at most, a species characteristic and therefore not constant as between species — in fact, it was found to be quite variable within certain species and even within individual trees. Attempts to determine strength values with a few tests had, for this reason, proved futile. A new and revised working plan was therefore prepared by the Laboratory with the cooperation of Dr. Hatt to establish procedure for an exhaustive study of the clear wood of American species. The procedure outlined is essentially that presented in A. S. T. M. "Standard. Methods of Testing Small Clear Specimens of Timber" (Standard No. D 143—27).

In the testing work subsequent to 1910 great attention was given to tests of

¹) It is worthy of note that the publication of Circular No. 38 was coincident with the organization of „Committee Q" (later designated D—7) of the A. S. T. M., the function of which is to deal with standards pertaining to wood. This committee was particularly concerned with the need of uniform standard rules for the inspection and grading of structural timbers and therefore was interested in methods of timber testing that would yield data of value to them in formulating such standards.

small clear specimens as the proper means of securing data upon which to base a comparison of the inherent qualities of the various species, to appraise the influence of silvicultural conditions, and to determine moisture-strength and other relations. New and special types of test (and modifications of method) were also introduced as experience demonstrated their necessity. The same importance was still attached to tests of large timbers as in previous series. In the case of treated timbers it was found that both the treatment and test must be upon the full-size specimen in order to determine the influence of treatment on strength.

It was quite generally thought that tests should be made upon timbers from all the species which provide structural members, the specimens to be of commercial size and containing the ordinary defects. When data from tests of large timbers were analyzed, however, it was found that defects could be standardized, as to kind and size and that similar defects affect the strength of timbers in very much the same way regardless of the species. It could therefore be seen that while the current conception of purpose of structural timber tests was correct, it was possible to accomplish that purpose without the exhaustive and expensive procedure previously planned by simply making a relatively few tests of timbers from each species. Where tests showed a species to vary somewhat from the general rule because of a different influence of defects, a different factor was applied to the strength of the clear wood of the species in arriving at a working stress. Variability of the clear wood within a species is also considered in arriving at the proper factor to be applied to the average values obtained from tests of small clear pieces in assigning working stresses.

COOPERATION OF THE A. S. T. M. ENLISTED

As the research work of the Forest Service mounted in volume, records of its timber test procedure became scattered in several different publications as, for instance, Circular No 38 and the working plan of Project L-124, and some modifications in procedure had not been recorded in any publication. Hence, the need of setting forth in a single compilation the most trustworthy testing practice available became apparent to those responsible for the work. In order that a procedure might be formulated which would be recognized by all as correct and complete within the scope of the tests, the writer brought the matter to the attention of the A. S. T. M. in 1920. He suggested that Committee D-7, whose function is the development of standards pertaining to timber, appoint a subcommittee whose duty it would be to standardize timber testing procedure. The suggestion was acted upon favorably by the committee, and as a result Subcommittee IX was organized with the following membership: L. J. Markwardt of the Forest Products Laboratory, Prof. C. E. Paul of Armour Institute of Technology, Chicago, and Prof. M. O. Withey of the University of Wisconsin. This subcommittee immediately began the preparation of A. S. T. M. timber testing standards.

FORMULATING OF TESTING STANDARDS AND SUBMISSION TO A.E.S.C.

In 1921 C. L. Warwick, Secretary of the A. S. T. M., advocated that the Forest Service and the A. S. T. M., through its Committee D-7 on timber, act as joint sponsors for the preparation and presentation of standard methods of testing wood to the American Engineering Standards Committee. The sponsorship was accepted by both organizations. The A. E. S. C. appointed a sectional committee of 22 members to act in the development of standards, which in turn selected L. J. Markwardt as chairman and Prof. M. O. Withey as secretary. The complete personnel of the sectional committee is as follows:

A. E. S. C. SECTIONAL COMMITTEE ON METHODS OF TESTING WOOD

Organization represented	Name and business affiliation of representative	Class of representative ¹⁾
U. S. Forest Service	L. J. Markwardt, Asst. in Charge Section of Timber Mechanics, F. P. L., Madison, Wis.	G I
American Soc. for Testing Materials	M. O. Withey, Prof. of Mechanics, Univ. of Wisconsin, Madison, Wis.	G I
American Electric Railway Assn.	Henry Gulick, 145 W. Thirty-sixth St., New York City.	C
American Institute of Architects	C. W. Killam, Harvard University, School of Architecture, Cambridge, Mass.	G I
American Railway Engineering Assn.	C. E. Paul, Armour Institute of Technology, Chicago, I 11. (Alternate, C. J. Hogue, West Coast Lumber Trade Extension Bureau, 5562 White-Henry-Stuart Bldg., Seattle, Wash.)	C
American Railway Engineering Assn.	W. T. Dorrance, New York, New Haven & Hartford R. R., New Haven, Conn. (Alternate, J. W. Orrock, Asst. Engr., Canadian Pacific R. R., Montreal, Que., Canada.)	C
American Soc. of Civil Engineers	T. W. Norcross, U. S. Forest Service, Washington, D. C.	G I
American Soc. of Mechanical Engineers	C. M. Bigelow, Cooley & Marvin Co., 15 Ashburton Place, Boston, Mass.	G I
Associated Bell Telephone Co.	C. H. Amadon, Western Electric Co., 463 West St., New York City.	C
West Coast Lumbermen's Assn.	C. J. Hogue, 5562 White-Henry-Stuart Bldg., Seattle, Wash.	G I

Organization represented	Name and business affiliation of representative	Class of representative ¹⁾
Assn. of Woodusing Industries	John Foley, Forester, Penn. System, Broad St. Station, Phila., Pa.	C
Manufactures Aircraft Assn.	Guy Davis, Chief Inspector, Curtiss Aeroplane & Motor Corp., Garden City, L. I., New York.	C
National Hardwood Lumber Assn.	C. N. Perrin, Blakesley, Perrin & Darling, 1100 Seneca St., Buffalo, N. Y.	P
National Lumber Manufacturers Assn.	Arthur T. Upson, National Lumber Manufacturers Assn., Transportation Bldg., Washington, D. C.	P
National Lumber Manufacturers Assn.	M. W. Stark, American Column and Lumber Co., Columbus, Ohio.	P
National Lumber Manufacturers Assn.	P. R. Camp, North Carolina Pine Assn., Franklin, Va.	P
Society of American Foresters	G. R. Green, Professor of Nature Study, Penn. State College, State College, Pa.	G I
Society of Naval Architects and Marine Engrs.	E. H. Rigg, Naval Architect, New York Shipbuilding Co., Camden, N. J.	C
U. S. Bureau of Standards	H. L. Whittemore, Mech., Engr., Bureau of Standards, Washington, D. C.	G I
U. S. Navy Department	W. H. Allen, Commander, Corps of Civil Engineers, U. S. Navy Yard, Philadelphia, Pa.	C
U. S. War Department	C. E. Alderman, Quartermaster Depr., Room 1324, Munitions Bldg., Washington, D. C.	C
National ElectricLight Assn.	John S. Ware, Public Service Electric Co., 80 Park Ave., Newark, N. J. (Alternate, Alexander Maxwell, N. E. L. A., 29 West 39 th St., New York City.)	C

Subcommittee IX and the A. E. S. C. sectional committee proceeded concurrently with the development of testing standards, giving full consideration to the half-million tests made by the Forest Service on 150 species of wood, but at the same

¹⁾ P = Producer. A producer is a person, or the representative of a firm or corporation, directly concerned in the production and sale of the commodity involved.

C = Consumer. A consumer is a person, or the representative of a firm or corporation, that uses the commodity involved but is not directly concerned with its production and sale.

GI = General Interests. General interests include independent engineers, educators, and persons who are neither consumers nor producers as defined above.

time embodying such modifications as experience had shown desirable. The modifications, however, have proved to be more in the form of refinements and improvements in technic than in fundamental procedure and are, therefore, not of a nature to render the data inconsistent. The methods of testing small clear specimens were presented to the A. S. T. M. and published as a Tentative Standard in 1922. Subcommittee IX also prepared another testing procedure, "Methods for Conducting Static Tests of Timbers in Structural Sizes," which was adopted and published by the A. S. T. M. as a Tentative Standard in 1924. In addition to being published as tentative standards, both procedures were submitted by the sectional committee of the A. E. S. C. to its members and to some 60 educational institutions and laboratories for comment and criticism.

Final action on the two tentative methods was taken by the A. S. T. M. in June, 1927, when they were advanced to Standard and recommended by the sponsors to the A. E. S. C. for adoption as American Standards. ¹⁾

The procedure embodied in both of these standards representing largely the outgrowth of years of experience and research on the part of the U. S. Forest Service, conforms quite closely to that in use in all U. S. government timber testing work. An essentially similar procedure has been followed for some time by the Forest Products Laboratories of Canada, the Forest Research Institute, Dehra Dun, India, the State Forest Service, Wellington, New Zealand; the Forest Department, Pretoria, Union of South Africa, and, more recently, by the Forest Products Laboratories, Princes Risborough, Bucks, England.

The "Standard Methods of Testing Small Clear Specimens of Timber" differ from previous specifications in that they set forth full details regarding the entire procedure from selection of the trees to the test manipulation. They insure uniformity of test results by standardizing the size and proportions of the test specimen and the rate of deformation.

The "Standard Methods for Conducting Static Tests of Timbers in Structural Sizes" cover definitely the tests of certain types of timbers such as bridge stringers and joists and at the same time suggest procedure so far as possible for other structural timber forms. The underlying purpose is the establishment of practice which will afford uniform results hereafter and that, at the same time, will permit the closest possible correlation of new data with data already existing.

STANDARD SPECIFICATIONS FOR TIMBER

Since its origin as Committee "Q" in 1905, Committee D-7 of the A. S. T. M. has sought to standardize grades of structural timber. The problem of standardizing the various grades and qualities of wood in a manner acceptable to manufacturers on the one hand and to architects and engineers on the other presented many difficulties, which after more than twenty years of effort are in some respects still unsolved. The present A. S. T. M. standard specifications are perhaps as near an approach to the ideal as existing conditions in the American lumber industry will warrant.

¹⁾ Approved by the A. E. S. C. as American Standards Nov. 15, 1937.

When standard specifications were first considered by the committee there was no agreement as to what constituted a proper basis for establishing them. Many engineers advocated the grading of timbers in accordance with their strength as developed from tests, while others believed in establishing standards by common agreement upon some of the commercial grades already existing. The characteristic variations in wood were not as important in times past as they are to-day, since timbers were cheaper and more easily obtained in large sizes and practically "clear" material. Definite specifications were therefore less important, since by eliminating defects one of the greatest sources of variability was removed and working stresses of value to the engineer and architect could be assigned with considerable assurance. Under such conditions it was thought sufficient merely to specify practically clear timber, while abundance of material justified the use of a large factor of safety along with more or less questionable basic strength figures. But, now, on account of the scarcity of large, high-grade timbers and the increase in price, such methods of specifying ought to be definitely relegated to the past. It was, in fact, a realization of impending changes in the timber supply that gave rise to the formation and organization of Committee D-7 twenty-two years ago.

One of the first important steps taken by the committee was the standardization of definitions, trade names, and defects of structural timbers. Standards partially covering these three points were adopted by the A. S. T. M. as early as 1907 ¹⁾. A tentative specification for southern yellow pine bridge and trestle timbers was also introduced in 1907, southern yellow pine being at that time the source of most of our structural timbers.

The committee enjoyed the close cooperation of the Forest Service, the A. R. E. A., the Southern Pine Association, and, later, the West Coast Lumbermen's Association, both by their direct membership on the committee and through the assistance of committees within the several organizations. It must not be assumed, however, that complete harmony of ideas existed; in fact, the exact contrary was at times the case. For instance, difference of opinion early arose over the designation of different species of southern pine. The A. R. E. A. and the Southern Pine Association refused to accept the term "southern yellow pine", which was proposed by the committee in the 1907 Tentative Standard, to cover practically all the pines of the South. They insisted on the distinguishing terms "longleaf" and "shortleaf" to differentiate quality, notwithstanding the fact that these are designations of species and not quality. In 1910 the A. S. T. M. adopted the committee specification as Standard ²⁾ after it had been modified to include the terms "longleaf" and "shortleaf" as proposed by the objectors. The A. S. T. M. also published as a Tentative Standard in 1910 a specification ³⁾ covering Douglas fir and western hemlock bridge and trestle timbers. When this specification was adopted later as standard, western hemlock was dropped.

¹⁾ See Proceedings, A.S.T.M., Vol. VII, p. 182.

²⁾ See Proceedings A.S.T.M., Vol. X, p. 159.

³⁾ See Proceedings A.S.T.M., Vol. X, p. 155.

Since the first standards were adopted, conditions in the production and use of timber have changed decidedly, and knowledge of the effect of defects and other factors on strength has advanced. Committee D-7 has at all times endeavoured to keep pace with all changes of importance by revising existing standards.

After the establishment of the Forest Products Laboratory in 1910 the Forest Service was in a better position than before to assist in the revision of specifications. A resumé and correlation of all the authentic data available from timber tests made under Forest Service direction was published in 1912 as Forest Service Bulletin No. 108, "Tests of Structural Timber." The results as set forth were particularly valuable in determining working stresses, in showing the effect of defects, and in the preparation or revision of grading rules. The information made available in this bulletin as a result of attention devoted to the effects of the kind and size of defects present in timbers emphasized more than anything else the feasibility of standardizing grades of timber on the basis of strength through limiting the number, size, kind, and position of defects and the extent of exposure of the material to moisture during use.

The first cause for revision of the specifications for „Southern Yellow Pine Bridge and Trestle Timbers," adopted in 1910 was the difficulty encountered in identifying the southern pines on the market and, furthermore, the inescapable fact that even when it was possible to distinguish the species botanically, differentiation by the terms "longleaf" and "shortleaf" did not insure the quality desired. The first of these difficulties had been recognized before the adoption of the Standard in 1910, but the fact that these terms do not insure material of particular quality was not well understood at the time — nor is it fully appreciated to-day.

To meet the situation that had arisen, three methods for distinguishing southern yellow pine of different strength properties was brought to the attention of the committee as practical modifications of the Standard:

1. By measuring the relative amount of summerwood.
2. By determining the density of the piece.
3. By counting the rings to determine rate of growth.

The idea of employing any one of these independently in specifying strength grades was never fully realized. A density rule for classifying southern yellow pine proposed by the Forest Service, however, was given a practical test in the purchase of southern yellow pine timbers for the Panama Canal project. This gave the second proposed method wide publicity and demonstrated its feasibility as a quality specification in the A. S. T. M. Standard for southern yellow pine. Along with the summerwood and ring-count rules it was finally incorporated in the Standard in 1915.

QUALITY CLASSIFICATION OF SOUTHERN PINE AND DOUGLAS FIR

The A. S. T. M. cooperated with the Forest Service during this period in a study designed to show the practicability of a quality classification of the southern yellow pines. Later the scope was enlarged to include Douglas fir. This investigation de-

veloped primarily into a determination of the relation of rate of growth and percentage of summerwood to strength of timber. The work was carried on largely by the Forest Service which detailed several workers employed in the field throughout an entire season. The results of the study, considered in relation to strength tests, showed conclusively that limiting the number of rings per inch to more than any specified number does not guarantee strength in the two important species investigated. On the other hand, it did show that such a limitation combined with a definite summerwood requirement will afford a most excellent quality classification. The results of the investigation furnished the basis for the classification of the southern yellow pine ¹⁾ into "dense" and "sound" quality classes as adopted in 1915 in specifications of the A. S. T. M. and the A. R. E. A. for southern yellow pine bridge and trestle timbers.

Committee D-7, acting on information secured by the Forest Service in its investigation of Douglas fir, proposed a specification for that species quite similar to that adopted for southern yellow pine. This specification was approved as Tentative in 1916 and again revised in 1920.

The research work of the Forest Service and of other organizations continued to furnish valuable information in connection with specifications of grades of structural timbers. It was found that in structural timber uniformity of strength properties, and resistance to wear and abrasion depend chiefly on the density of the wood and the character, size, number, and location of defects, and that while heartwood and sapwood are not factors in strength, the heartwood is by far the more durable. Acting on this information the committee maintained that the production of good structural material of any species depends upon a specification providing (1) that the density or dry weight of the wood shall not fall below a certain minimum and (2) that the defects shall not exceed certain definite limitations. In the light of the committee's proposals the A. S. T. M. in 1920 adopted as Tentative a revised specification ²⁾ for "Selected Structural Douglas Fir Bridge and Trestle Timbers."

STANDARDIZATION OF TIMBER GRADES

Following the World War there occurred, in connection with other readjustments taking place, a general movement for standardization in the whole technical field in the United States. Such a movement naturally included the development of specifications for timber.

Some advocates of standard specifications went so far at the time as to recommend different defect qualifications for the various species, so that the same grade should give identical stresses. The Forest Service pointed out the impracticability of such a scheme and recommended in its stead the same grades for all species, both hardwoods and softwoods. The grades were to be based upon a proper limitation of defects and other factors affecting strength, and also were to be accompanied by as-

¹⁾ See Proceedings A.S.T.M., Vol. XV, p. 367.

²⁾ See Proceedings A.S.T.M., Vol. XX, p. 704.

signed stresses for the different species, by which means any inherent characteristics of a given species would be provided for. This proposal of the Forest Service was far from visionary or theoretical. Its advocates were assured from the practical application of the method, as well as from repeated test results, that it would serve the purpose.

The system of recommended basic grades, together with assigned working stresses for the principal American species, was published as U. S. Department of Agriculture Circular No. 295, in 1923. The grades and the method of their derivation were presented to the A. S. T. M., the A. R. E. A., and other organizations by the Forest Service as a basis for revision of existing grading standards. The principle was accepted by both the A. R. E. A. and A. S. T. M. The latter embodied in its Proceedings ¹⁾ of 1924 the results of its work in applying this principle of basic grades in a revision of standard grades of structural timbers. The information is presented under three main heads:

1. The basis for grading.
2. Suggested grades for Douglas fir and southern yellow pine structural timbers on the new basis.
3. A proposed outline correlating the suggested grades with the functions to which the material is to be put.

A specification for structural timbers differing only in minor details from the plan ²⁾ reported in 1924 was adopted as Tentative Standard by the A. S. T. M. in 1926, and, after slight revision, as Standard in June, 1927.

A plenary body of the lumber industry and technical groups known as the Central Committee on Lumber Standards was organized in 1922 with the object of standardizing, if possible, all grading rules for structural timber and lumber. The brunt of the effort of this Central Committee in respect to structural timbers fell mainly upon the committees on timber in the A. R. E. A. and the A. S. T. M. which were acting in cooperation with the Forest Products Laboratory. It was the aim of all the leaders in the different cooperating organizations to unite ultimately on a single standard for all.

The General Lumber Conference, the parent body of the Central Committee, in a meeting at Washington in 1925 accepted as essential to any revision of grades by the organization the basic principle proposed by the Forest Service in its Circular No. 295 (1923).

After thorough consideration standard grades developed upon this same basis and essentially the same as those approved by the A. S. T. M. have been officially adopted by both the Central Committee and the A. R. E. A.

CARE EXPENDED IN STANDARDIZATION OF GRADES

It is to be understood that the revision of timber grading rules in accordance

¹⁾ Vol. XXIV, p. 595.

²⁾ Proceedings A.S.T.M., Vol. XXIV, p. 595 (1924).

with the idea of basic grades as advocated by the Forest Service received very careful scrutiny. The Central Committee on Lumber Standards, composed of a membership representing producers, distributors, and consumers of lumber, served as an excellent means for bringing together all these different interests. The committees on timber of both the A. R. E. A. and the A. S. T. M. held membership in the Central Committee and were therefore in a position not only to shape the action of their own committees, but also to present matters for the consideration of the Central Committee. The two committees, with a combined membership of about 60, had different personnel except for three members in common.

As has been indicated, the A. S. T. M. and the A. R. E. A. acted both on their own account and in cooperation with the Central Committee in the standardization project. The final action taken by the entire committees in the separate organizations was quite independent and based on critical consideration of all recommendations of the subcommittees. It will thus be seen that any revisions in standard grades of lumber were subjected to the most searching criticism. The general discussions and detailed explanations which appear in the publications of the two bodies in connection with the proposed specifications reflect their careful consideration of the data and reasoning underlying the recommendations of the Forest Service.

Before final joint action was taken by the Central Committee on the proposed revisions, the different cooperating organizations through meetings and conferences of their subcommittees gave further attention to all point under criticism. They studied the commercial application of all provisions involved in the new grading rules and continually worked towards their simplification and easy application to specifications for particular uses.

In specifying particular grades of timber which meet present practical conditions, the A. S. T. M. realizes that there is still room for considerable refinement in its recently adopted standards. These rules guarantee a minimum strength within a grade and on that basis have met the practical requirements of timber users. Further refinement of the rules would still insure the same minimum strength within a grade while at the same time increasing the percentage of material which might be placed in higher grades. Such improvement in the specifications will come slowly, since it will require a definite knowledge on the part of both the producer and the builder as to the proper placement of timbers in construction.

A BASIS FOR INTERNATIONAL STANDARDIZATION

In presenting this summary of the history and development of A. S. T. M. standard test procedure and specifications for structural timber, it is hoped that the leaders in the standardization movement throughout the world may see the possibility of giving to these Standards an international scope. The standard testing methods and specifications for timber grades meet the present conditions in America very satisfactorily, and no good reason is seen why they would not apply with

equal success to European conditions. Their adoption as international standards would insure comprehensive and comparable timber test data throughout the world and would also guarantee to engineers and architects and users of timber, everywhere, material of satisfactory quality.

DISCUSSION

Prof. ROOS AF HJELMSATER, Stockholm

We from Sweden like to hear something from Amerika. The commercial standards there are extremely important. Have they been accepted, and are they practically used at deliveries?

Answer of mr. FULWEILER

The greater amount of the timber is manufactured by mills, belonging to associations, who were represented at the general lumber conference and who have formulated these grading rules. They were also accepted by the railroads, who are very large users of lumber, so that it is estimated, that probably 80 % of merchantable timber sold is sold under these grading rules. The housebuilders are rather slow in using them.

ÜBER ROSTSCHUTZANSTRICHE

von

DR. A. V. BLOM

Die Bewertung von Anstrichmitteln leidet unter dem Mangel an einer hinreichenden Determination des Problem. Den wirklichen Verhältnissen wird man nur dann gerecht, wenn die zu prüfenden Anstriche genau so hergestellt und beansprucht werden, wie es in der Praxis geschieht. Dieser Forderung steht eine andere, eben so berechnete, entgegen, innert kurzer Frist ein Urteil über die Schutzwirkung und die voraussichtliche Lebensdauer zu bekommen. Nur wissenschaftliche Durchdringung des Problemkomplexes schafft die Unterlagen für die Aufstellung nützlicher Kompromisse, die den Bedürfnissen der Praxis genügen.

Ich habe die Ehre, Ihnen an einer Auswahl von Beispielen zu zeigen, wie wir uns an der Eidgenössischen Materialprüfungsanstalt in Zürich, einen Weg suchen, um unserer Aufgabe gerecht zu werden.

Technologische *Schnellprüfungen* beruhen auf dem Prinzip, die schädigenden Einflüsse in verstärkter Masse zur Einwirkung zu bringen. Man kann dieses Ziel erreichen, indem die Intensität jedes einzelnen Faktors erhöht, oder ihre Wechsel

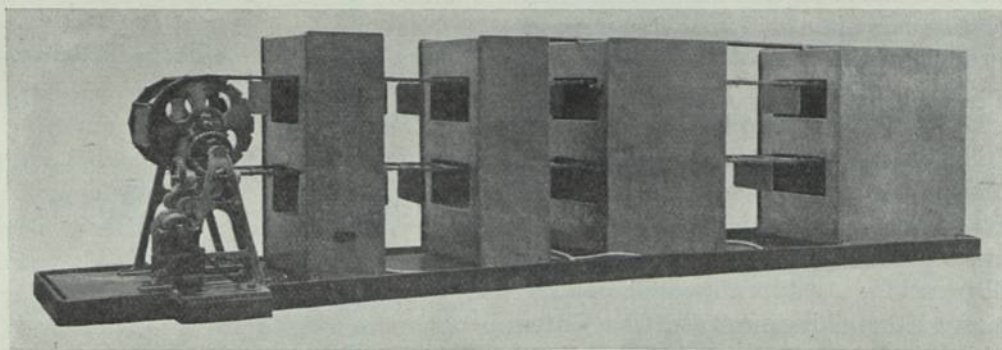


Bild 1. Schnellprüfapparat für Anstriche, Bauart Winkler, Fallert & Co. Bern

selbige stark beschleunigt wird. Eine reproduzierbare Zermürbung des Anstriches lässt sich erzielen, wenn man das kolloide System durch automatischen Wechsel

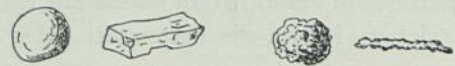
von Quellung und Entquellung, Kälte und Wärme künstlich altert und in einen Zustand der Übermüdung versetzt. Dann unterliegt es den Strahlungseinflüssen, dem Gefrieren und der Rauchgaseinwirkung besonders rasch. Die Bleche mit den Anstrichen werden zu diesem Zwecke durch eine Reihe von Heizztürmen geführt, wie es *Bild 1* zeigt. Auf der einen Seite sind die Strahlungsapparate zu ergänzen. Zwischen den Heizztürmen sind Berieselungsvorrichtungen angebracht. Die Endkammer ist als Gefrierzelle ausgebaut. Rauchgase können in einen Heizzturm einblasen werden.

Die beste Schnellprüfung nimmt einige Wochen in Anspruch. Das Bedürfnis, rasch über ein Anstrichmittel sich orientieren zu können, ruft nach *diagnostischen* Untersuchungsmethoden. Aus der chemischen Zusammensetzung des Anstrichmittels, der morphologisch-strukturellen Beschaffenheit des Pigmentes und dem inneren Aufbau der Farbhaut sollten sich Kriterien für den Wert eines Anstriches gewinnen lassen.

Die Reaktionsfähigkeit basischer Pigmente, die für den Eisenschutz sich besonders bewährt haben, hängt von der *Mikrostruktur der Teilchen* ab. Die entstehenden Schwermetallseifen erscheinen unter geeigneten Versuchsbedingungen zunächst in doppeltbrechenden Gebilden, bevor sie sich kolloidal lösen. Ich führe einige typische Formen von Linoleaten als Mikroaufnahmen in polarisiertem Lichte vor. In *Bild 2* sehen Sie strahlig gebaute Sphärolite, wie sie bei Bleiweiss, disperser Mennige und bei porösem Bleiprotoxyd vorkommen. In *Bild 3* sind faserige Formen dargestellt, wie ich sie an reaktionsfähigen Teilchen gewöhnlicher Mennige und bei Bleioxyd beobachten konnte. Einige Sorten Bleiweiss erzeugen eigenartige lamellare Gebilde, die deutliche Interferenzauslöschungen zeigen (*Bild 4*). Zinkweiss reagiert wieder anders (*Bild 5*). Die Berücksichtigung struktureller Eigentümlichkeiten bei Pigmenten muss gefordert werden. In *Bild 6* sind die wichtigsten morphologischen Typen dargestellt.

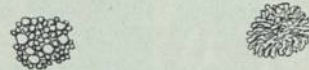
Die Farbhäute sind so dünn, dass der Füllstoff sehr fein zerteilt sein muss, wenn keine Unstetigkeiten im Film auftreten sollen. Durch mechanische Zerkleinerung erhält man im Allgemeinen weniger feine Dispersoide, als durch zweckmässig geleitete Herstellungsprozesse. Die Unterschiede sind in den nächsten Bildern deutlich zu sehen. *Bild 7* zeigt den *Zerteilungsgrad* gemahlener Mennige. *Bild 8* denjenigen von Rodlebener Mennige bei derselben Vergrößerung. *Bild 9* gibt im auf fallenden Licht *die Oberfläche* einer Farbhaut wieder, die durch Anstrich einer senk-

Morphologische Typen



Glatte Teilchen

Rauhe Teilchen



Agglomerate

Feste Schäume

Bild 6. Morphologische Eigentümlichkeiten werden als Grund für die verschiedenartige Reaktionsfähigkeit von Pigmenten vermutet

recht gestellten Eisenfläche mit gewöhnlicher Mennige erhalten wurde. Wegen der Ungleichmässigkeit in der Körnung sackt die Farbe. Das blosses Eisen wird stellenweise sichtbar. Disperse Mennige zeigt diesen Übelstand nicht, wie *Bild 10* beweist.

Die mikroskopische Kornausmessung ist schwierig und zeitraubend. Sedimentationsversuche geben uns rascher Anhaltspunkte über den Zerteilungsgrad. Nicht bloss die Absetzkurven, sondern auch die erreichten Endvolumina sind für die Körnung charakteristisch. Jedem Dispersionsmittel ist *ein bestimmtes Sedimentvolumen* zugeordnet. In *Tafel I* sind drei handelsübliche Mennigesorten mit einander verglichen. Die Differenzen zwischen den Sedimentvolumina sind stets proportional dem Schüttvolumen. Dieses ist gleich gross, wie das Endvolumen bei der Sedimentation in Methylalkohol. Da das Absetzen einer Suspension besser reproduzierbare Werte ergibt, als das Einrütteln trockener Pulver, so bestimme ich das Schüttvolumen durch Sedimentation in Methanol. Die punktierte Linie auf *Tafel I* gibt das berechnete Volumen bei dichter Raumerfüllung an.

Theoretisch interessante Beziehungen zwischen Pigmenten und Dispersionsmitteln gehen aus der *Tafel II* hervor. Die Sedimentvolumina erweisen sich als umgekehrt proportional den *Benetzungswärmen*. Damit eröffnet sich der Spekulation ein weites Feld. Studien über die halbflüssige Schmierung haben gezeigt, dass der Benetzungswärme zwischen Lagermetall und Schmieröl eine grosse Bedeutung zukommt. Grenzflächenkräfte beherrschen also die Problematik bei Schmierölen wie bei Anstrichmitteln. Ich will hier nur erwähnen, dass funktionale Zusammenhänge bestehen zwischen Sedimentvolumen und Verdampfungswärme (*Tafel III*) sowie zwischen dem Sedimentvolumen und dem Logarithmus der Dielektrizitätskonstanten (*Tafel IV*). Es wurden folgende Dispersionsmittel auf diese Zusammenhänge in Verbindung mit Mennige geprüft: 1. Tetrachlor kohlenstoff, 2. Chloroform, 3. Testbenzin, 4. Petrolaether, 5. Toluol, 6. Aethylaether, 7. Benzol, 8. Aceton, 9. Aethylalkohol, 10. Methylalkohol. Man kann auch die sogenannte „Oiliness“ der Schmieröle zur Verdampfungswärme und zur Dielektrizitätskonstanten in Beziehung bringen. Offenbar sind wir einem fundamentalen physikalischen Gesetze auf der Spur.

Um nun auf die Mennige zurückzukommen, möchte ich Einiges über ihre *Struktur* mitteilen. Im Polarisationsmikroskop kann man deutlich erkennen, dass sie aus zwei optisch verschiedenen Bestandteilen aufgebaut ist. Die Analyse ergibt, dass es sich um krystallines Bleioxyd und um amorphes oder kryptokrystallines Bleiorthoplumbat handelt. Wie auf *Bild 11* gezeigt wird, ist das Oxyd teils frei und teils mit Plumbat überzogen vorhanden. Hieraus erklärt sich das besondere Verhalten der gewöhnlichen Mennige, wenn sie mit den Abbauprodukten des Leinöles im Laufe des Alterungsprozesses reagiert. In einem 15 Jahre alten Mennigeanstrich waren noch krystalline Oxydteilchen übrig geblieben, während das Plumbat stark abgebaut worden war. (*Bild 12*). Die disperse Mennige weist eine viel gleichmässigere Struktur auf. Bleioxydkrystalle sind nicht erkennbar. Die Textur der Farbhaut muss daher gleichmässiger ausfallen.

Es erhebt sich nun die Frage, ob eigentlich bei der Umsetzung der Mennige lediglich das Bleioxyd reagiert. Durch Einbetten von 100 % iger Mennige Rodleben in ein leinölsaures Medium erhielt ich bereits nach 14 Tagen dendritisch verästelte Krystalle von Bleilinoleat, wie *Bild 13* zeigt. Das Plumbat war völlig verschwunden. Extraktionsversuche mit Essigsäure oder Ammoniumacetat ergaben, dass stets mehr Bleioxyd in Lösung geht, als analytisch festgestellt worden ist. Es bildet sich offenbar ein Komplexsalz, das den Abbau vermittelt. Mennige ist also eine verhältnismässig lockere Verbindung. Dieser Befund erklärt auch, warum ein graues Bleipigment von der Formel $Pb(PbO)$ ganz ähnlich reagiert, wie Mennige, wenn es genügend hoch dispers ist. Während Mennige beim Zerfall durch ihr Sauerstoffpotential passivierend wirkt, scheidet das andere Pigment Blei ab, das eine rostschützende Grenzschicht bildet. Ich lege Bleche vor, die monatelang in Meerwasser gelegen haben, ohne die geringsten Zersetzungerscheinungen aufzuweisen. Mennige hielt diese Beanspruchung nicht aus.

Die Kornfeinheit eines Pigmentes ist von günstigem Einflusse auf die *Festigkeitseigenschaften* des Filmes. Grobe Teilchen würden Anlass zu schwachen Stellen geben. Ich habe eine einfache Methode zur Bestimmung der Zugfestigkeit angewandt die für orientierende Versuche sich als recht brauchbar erwiesen hat. Aus dem Filme werden Probestücke von 1 mal 2 cm ausgeschnitten. Mit Nadeln im festen Abstände von 3 mm werden zwei Löcher eingestochen und von ihnen nach Aussen mit dem Skalpell Schnitte geführt. In einem einfachen Reissapparat werden die Proben geprüft, nachdem ihre Dicke gemessen worden ist. In *Tafel V* sind einige Resultate zusammengestellt, die bei verschiedenartiger Beanspruchung von Nitrolackfilmen erhalten worden sind.

Für die Beurteilung einer Farbhaut ist *ihr Aufbau* zu studieren. Gardner hat Schnitte mit dem Mikrotom hergestellt; die feinsten Textureigentümlichkeiten gehen bei dieser Art der Praeparation verloren, Jaeger konnte schöne Präparate gewinnen durch Brechen alter Farbhäute. Bei frischen Anstrichen versagt die Methode. Ich streiche dünne Glasplatten (Objektträger, Deckgläser) an, ritze das Glas rückseitig mit dem Diamanten und breche es durch. Hierbei reisst die Farbhaut glatt durch. Spezifische *Färbemethoden* enthüllen den Feinbau im Querschnitt. Man kann auf diese Weise verfolgen, wie nicht nur die Beschaffenheit von Pigment und Bindemittel, sondern auch die Dicke der Farbschicht, die Art des Auftragens, äussere Bedingungen beim Trocknen u.s.w. auf das Feingefüge der Farbhaut von Einfluss sind. Manche strittige anstrichtechnische Frage lässt sich nach dieser Methode vielleicht einer Lösung entgegenführen. Jedenfalls kann man Beweismittel schaffen für die Diskussion über die Güte eines Anstrichmittels. Das ist für die Beurteilung der Zweckmässigkeit eines Bleifarbenverbotes dringend nötig, weil viel agitatorisch aufgemachtes Material in dieser Sache im Umlauf gesetzt worden ist.

Zwei *Querschnittsaufnahmen* mehrschichtiger Bleiweissanstriche mögen zeigen, wie der innere Aufbau der Farbhaut dargestellt werden kann. (*Bilder 14 und 15*). Photographisch lassen sich die Feinheiten nicht restlos wiedergeben. Für die The

orie des Trockenprozesses ist es beachtenswert, wie die Textur jeder Einzelschicht sich allmählich von aussen nach innen verändert.

Nicht nur Ölfarben, sondern auch *bituminöse Anstrichmittel* haben sich unter gewissen Bedingungen zum Schutze des Eisens bewährt. Ein Muster von englischem „Bituminous Enamel“ liegt aus. Besonders dort, wo Feuchtigkeit die Ölfilme bald zerstört, ist ein Asphaltanstrich angezeigt. Immerhin möchte ich auf ausgelegte Bleche hinweisen, die mit spezieller Ölfarbe (Bleidispersoid als Pigment) gestrichen sind und monatelang die Einwirkung von Meerwasser und feuchter Pendelkühlung ausgehalten haben, ohne die geringsten Schädigungen aufzuweisen. Durch geeignete Pigmente lässt sich also das Quellvermögen des Ölfilmes völlig unterdrücken.

Gewisse Mängel haften den Asphaltanstrichen an. Neuerdings scheint es gelungen zu sein, durch eine Kombination disperser Mennige mit Bitumen Grundierungen zu schaffen, welche die beidseitigen Vorteile miteinander verbinden. Ich lege derartig gestrichene Bleche zur Ansicht vor.

Möglicherweise werden auch *Emulsionen* von Bitumen anstrichtechnisch eine Rolle spielen. Dort geht die Filmbildung auf ganz andere Weise vor sich. *Bild 16* zeigt eine solche Emulsion *a.* in frischem Zustande, *b.* im Stadium der Filmbildung. Es liegt hier wohl keine Flockung vor, wie man häufig hört, sondern eine Umkehrung der Emulsion. Unter bestimmten Bedingungen lassen sich Emulsionen und Pigmenten zu wertvollen Anstrichmitteln verarbeiten.

Wie viel wissenschaftliche und praktische Arbeit auf diesem wirtschaftlich so wichtigen Gebiete noch zu leisten ist, dürften meine Ausführungen gezeigt haben. Ich schliesse mit dem Wunsche, dass eine rege internationale Zusammenarbeit unsere Erkenntnis fördern möge und zur Festlegung derjenigen Methoden führe, die am schnellsten und zuverlässigsten sichere Resultate liefern.

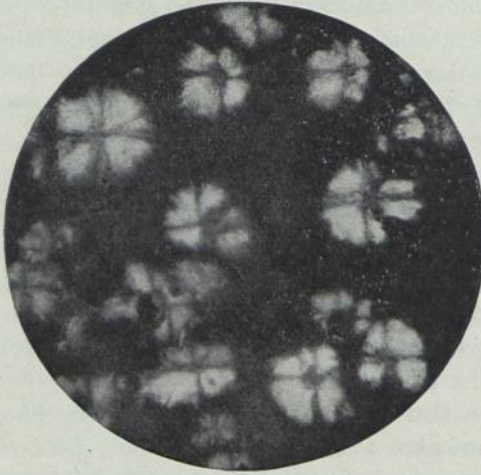


Bild 2. Bleilinoleat in strahligen Sphäroliten. Bildungsform bei disperser Mennige, gewissen Bleiweissarten und porösem Bleiprotoxyd

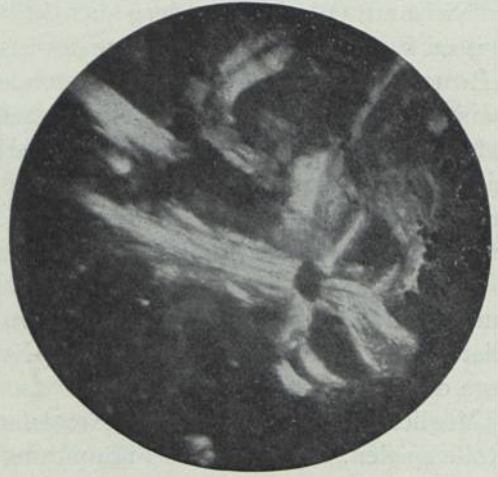


Bild 3. Bleilinoleat in faseriger Bildungsform. Entsteht an besonders aktiven Teilchen bei gewöhnlicher Mennige und Bleioxyd



Bild 4. Bleilinoleat in lamellarer Bildungsform. Sehr dünne Gebilde, die Interferenzstreifen zeigen. Entsteht bei gewissen Sorten Bleiweiss

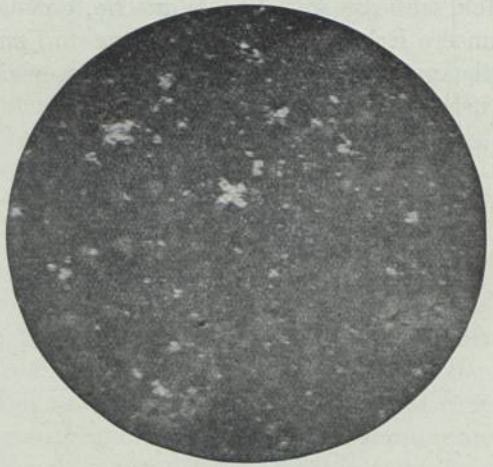


Bild 5. Zinklinoleat aus Zinkweiss in kleinen undeutlichen Sphäroliten. Zincsoap. Linoléate de zinc

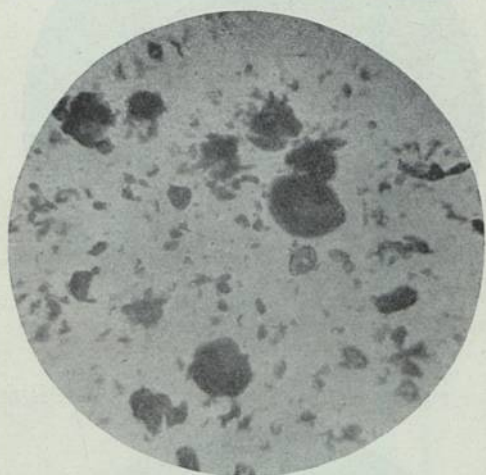


Bild 7. Gewöhnliche Mennige, bei 750-facher Vergrößerung

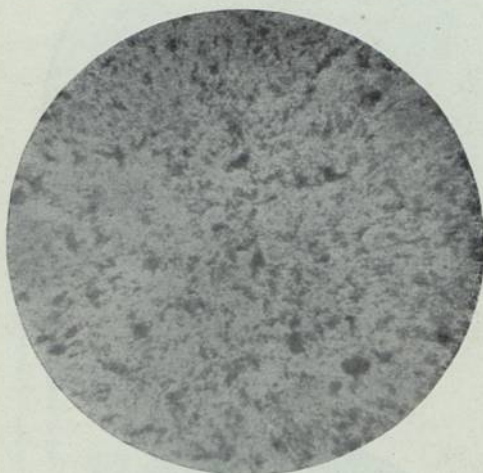


Bild 8. Disperse Mennige Rolleben bei 750-facher Vergrößerung

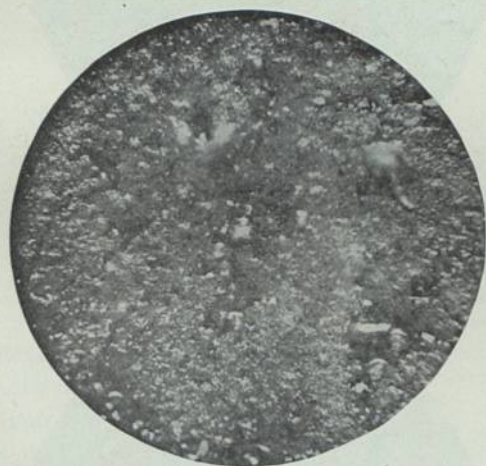


Bild 9. Grundierung mit gewöhnlicher Mennige an senkrechter Eisenfläche

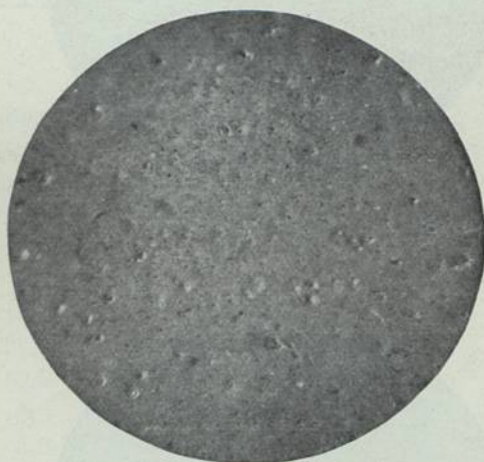


Bild 10. Grundierung mit disperser Mennige Rolleben an senkrechter Eisenfläche



Bild 11. Struktur der Mennige

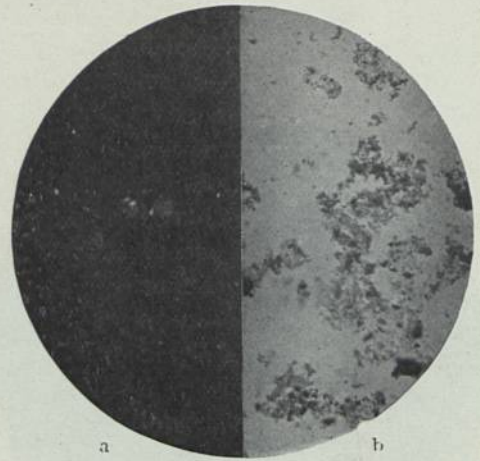


Bild 12. 15 Jahre alter Mennigeanstrich, a. = polarisiertes Licht, b. = durchfallendes Licht

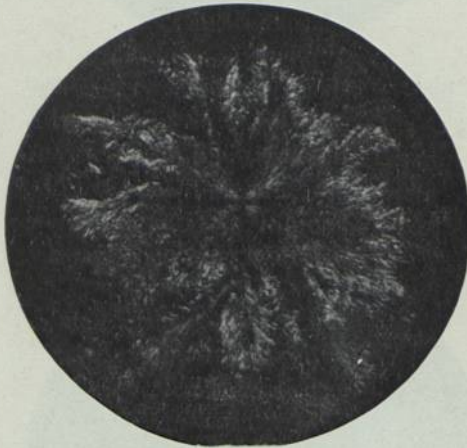


Bild 13. 100 %-ige Mennige Rodleben durch Einwirkung von Leinölsäure völlig in Bleiseife umgewandelt.

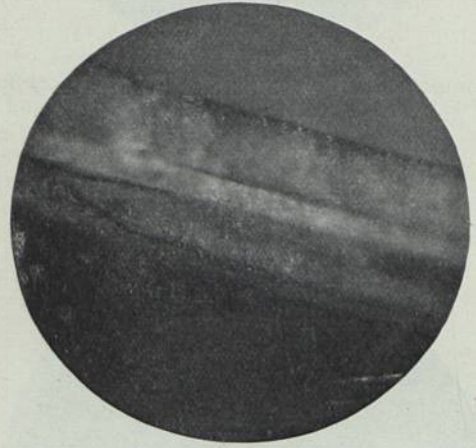


Bild 14. Doppelter Bleiweissanstrich auf Glasunterlage (a), b) Bleiweiss in Pastenform, Schichtung kaum merklich; c) streichfertiges Bleiweiss, die stufen-weise Erhärtung des Anstriches von aussen nach innen wird durch Färbung kenntlich gemacht

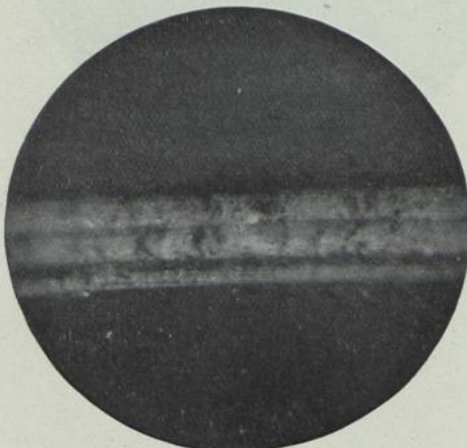


Bild 15. Dreifacher Bleiweissanstrich, wovon jeder andere Trockenlauer aufweist

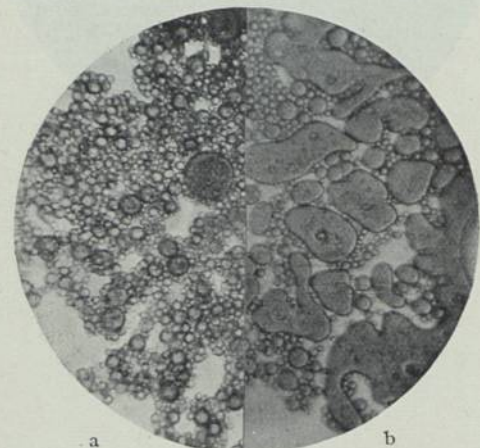
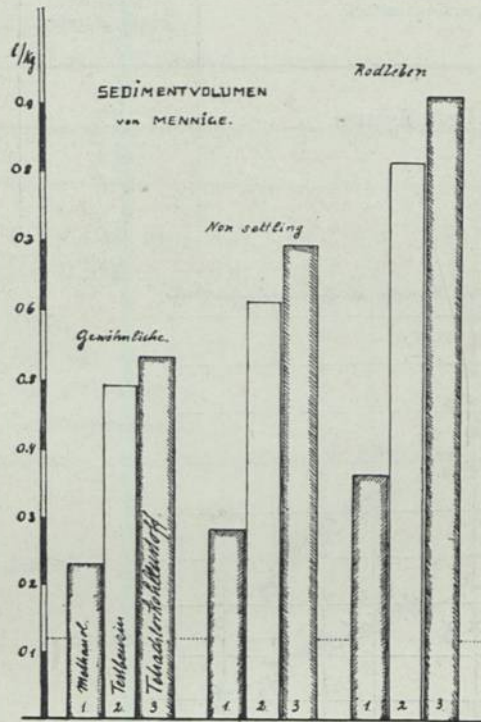


Bild 16. Emulsion von Brünnen in Wasser. a) in frischem Zustande b) im Stadium der Filmbildung zufolge starker Adhaesionswirkung der Unterlage

TAFEL I.



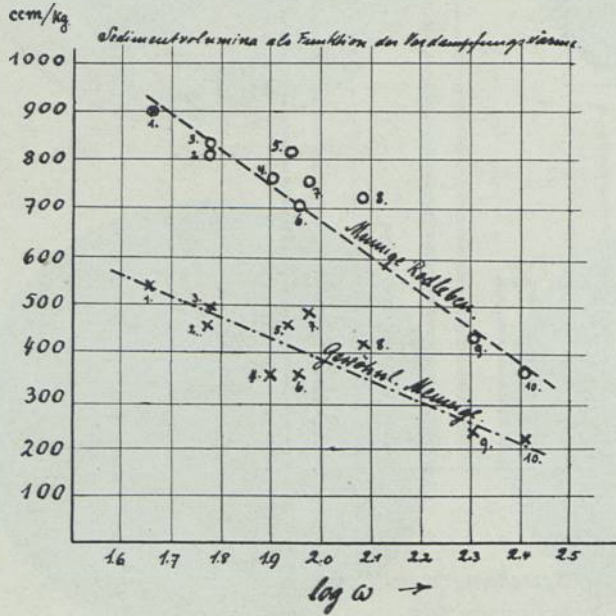
TAFEL II. Thermodynamische Beziehungen zwischen Pigmenten und Dispersionsmitteln

Dispersionsmittel.	Benetzungswärme g-cal/g. gegenüber Ton. (¹)	Sedimentvolumen ccm/Kg.		
		A.	B.	C.
Methanol	11.0	230	230	360
Aethylalkohol.	10.8	240	290	430
Aceton	8.0	420	540	720
Benzol	5.8	500	640	760
Tetrachlorkohlenstoff	1.8	530	690	900

- A. Gewöhnliche Mennige.
- B. Non-settling Mennige.
- C. Disperse Mennige Rodleben.

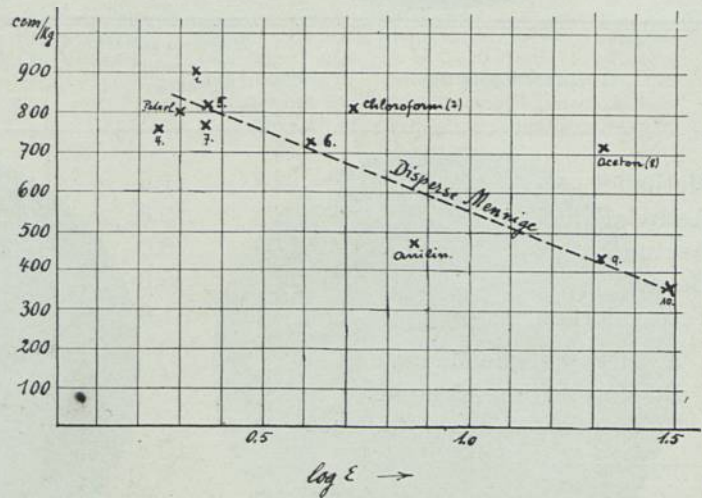
¹) Gaudechon, C. r. Vol. 157. II, pg. 219 (1913).

Dispersionsmittel.	Benetzungswärme g-cal/g. gegen Kupfer (¹)	Sed. Vol. ccm/Kg. A.
Petrol + 1% Leinölsäure . . .	22	200
Leinöl	14	270
Petrol	6	540
Paraffinöl	4	560



TAFEL III

TAFEL IV
Sedimentvolumina als Funktion der Dielektrizitäts Konstanten



¹) Brieger und Bachmann, Zsigmondyfestschrift pg. 152.

TAFEL V. *Zugfestigkeit.*

Filme: Amerikanische Nitrolacke.

Probekörper: 10 auf 20 mm; Reisstelle 3 mm.

Werte: Kg/qmm.

Nr.	Dicke	a.	b.	c.	d.	e.
I.	0.042 mm	4.8	4.6	5.4	4.5	4.1
II.	0.026 „	5.2	5.2	5.5	4.4	4.7

a. unbehandelter Film.

b. 16 Stunden auf 60 Grad erhitzt.

c. 70 Stunden auf 60 Grad erhitzt.

d. 3 Stunden auf 30 Grad gekühlt.

e. Pendelkühlung 12 mal zwischen -25 und +20 Grad.

EISENROST UND EISENSCHUTZ

von

DR. M. SCHULZ-KIRCHMÖSER

Regierungsbaurat Deutsche Reichsbahngesellschaft, Brandenburg-West

Das Wort Rationalisierung kennzeichnet den Drang der Kulturmenschheit, mit den Naturschätzen weniger Raubbau zu treiben und mit ihnen wie mit den daraus erzeugten Gütern haushälterischer umzugehen. Dieses Streben tritt, um die wichtigsten beiden Beispiele zu nennen, besonders in den Worten „Wärmewirtschaft“ und „Rostschutz“ (richtiger gesagt „Eisenschutz“) zu Tage. Kohle und Eisen, die beiden Hauptnaturgüter der wirtschaftstreibenden Kulturmenschheit hängen in ihrer Verwendung eng miteinander zusammen. Jede Tonne Eisen, die wir uns durch pflegliche Behandlung der daraus hergestellten Gegenstände erhalten, erspart gleichzeitig mehr als dieselbe Menge Koks oder Steinkohle, wobei allerdings zu berücksichtigen ist, dass der weitaus grösste Teil des Kohlenstoffs als Kohlenoxyd in dem Gichtgas der Hochöfen erscheint, das nicht mehr wie früher verloren geht, sondern zum Betrieb von Gasmaschinen oder zur Dampferzeugung benutzt wird.

Nach Angabe von W. I. Overbeck, Leiter der Dupont Company, Chicago, (Umschau 1925 Nr. 18), beträgt der Verlust an Eisen durch Rost jährlich $2\frac{1}{2}$ Millionen Dollar. Nach den Angaben des Iron and Steel Institute betrug dieser Verlust während der Jahre 1890 bis 1913 etwa 40% der auf der ganzen Erde verarbeiteten 1966 Millionen t Eisen. Wenn diese Angaben zutreffend sind wurden in dieser Zeit über 700 Millionen t Eisen durch Rost zerstört. Wenn man den Preis von 1 t Eisen mit 100 M. einsetzt, betrug der Verlust über 70.000 Millionen Mark in 23 Jahren, das wären in einem Jahr mehr als 3000 Millionen Mark oder jeden Arbeitstag über 10 Millionen Mark, also mehr als der Durchschnittslohn von 2 Millionen Menschen täglich beträgt.

Das Streben nach einer pfleglichen Behandlung des Eisens ist in dem Worte „Eisenschutz“ oder „Rostschutz“ zusammengefasst. Wenn wir den durch die natürlichen Einwirkungen der Umwelt entstehenden Eisenrost, ähnlich wie die sogenannte Zinnpest, als eine Krankheit des Eisens ansehen, so müssen wir, um diese Krankheit wirksam bekämpfen zu können, ihre Ursachen erkannt haben.

Das Wort Rost (ebenso wie das entsprechende englische Wort „rust“) entstammt

der germanischen Wortwurzel *rud* = rot und hängt wahrscheinlich auch mit den Worten *rotten*, *verrotten*, *rösten* (von Flachs) = faulen zusammen. Das Wort *Rost* bezeichnet also treffend das natürliche rote Verrottungserzeugnis des Eisens, das aus $\text{Fe}(\text{OH})_3$ und Fe_2O_3 besteht und im wesentlichen die Zusammensetzung der Eisenerze hat, aus dem durch Zufuhr von Energie unter Benutzung von dem aus der Steinkohle gewonnenen Koks das Metall Eisen erzeugt wird. Schon hieraus ergibt sich, dass Eisenoxyd als eine auch natürlich vorkommende Eisensauerstoffverbindung beständiger sein muss als metallisches Eisen, und dass die Rückbildung des Eisens in Eisenhydroxyd und -oxyd, das Rosten, unter den normalen atmosphärischen Bedingungen zwangsläufig ist.

Der Begriff Eisenrost, als ein Sonderfall der Korrosion von Metallen im allgemeinen, wäre hiernach wie folgt zu bestimmen: *Eisenrost ist die von der Oberfläche ausgehende, auf atmosphärische Einwirkung oder andere natürliche Berührung mit wässrigen Elektrolytenlösungen beruhende Umwandlung des Eisens in die beständigeren Eisenhydroxyd- und Eisenoxydverbindungen.*

In dem Wort „Eisenschutz“ (oder „Rostschutz“) sind hiernach die Massnahmen zusammenzufassen, die verhindern oder erschweren sollen, dass das hüttenmännische Erzeugnis Eisen in seine ursprüngliche, beständigere Sauerstoffverbindung zurückkehrt.

Eine allgemeine, rein empirische Erfahrung ist, dass sich Eisen in trockner Luft nicht verändert, bei Berührung mit Feuchtigkeit unter Luftzutritt aber rostet. Durch die Versuche von Pilling und Bedworth (1923) ist festgestellt, dass trockener Sauerstoff auf Eisen auch bei einer Temperatur von 200° nur sehr wenig einwirkt. Ausserdem hat sich gezeigt, dass Eisen bei gewöhnlicher Temperatur auch in feuchter Luft erst rostet, wenn Wasser sich auf dem Eisen tropfbar niederschlägt. Auch sagt schon M. Traube im Jahre 1885 (Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft 18. II. Seite 1881), dass „unter luftfreiem Wasser von gewöhnlicher Temperatur Eisen monatelang blank bleibt.“

Wenn also schon damals als Bedingung für das Rosten die gleichzeitige Einwirkung von flüssigem Wasser und Sauerstoff erkannt war, so blieb doch noch offen, durch welche chemische Reaktion der Rostvorgang eingeleitet wird. Die bekannte klassische Darstellung von Wasserstoff durch Überleiten von Wasserdampf über glühende Eisenspäne nach der Formel $2 \text{Fe} + 3\text{H}_2\text{O} = \text{Fe}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2$ hätte von vornherein die Schlussfolgerung nahe legen müssen, dass diese Reaktion zwischen Eisen und Wasser auch bei gewöhnlicher Temperatur, wenn auch weitaus langsamer, eintreten muss.

Die erste Rosttheorie von Bedeutung, die sogenannte Säuretheorie, ist diesen Weg nicht gegangen. Sie behauptet, dass reines Eisen in Berührung mit reinem Wasser nicht rosten kann und dass vielmehr hierzu ausser diesen beiden Komponenten die Gegenwart einer, wenn auch sehr kleinen Menge Säure gehört, gleichviel, ob sie schwach dissoziiert ist wie Kohlensäure oder ob sie durch Hydrolyse eines Salzes zur Geltung kommt.

In weiterer Ausgestaltung der Ionentheorie, die auf der von Svante Arrhenius

entdeckten elektrolytischen Dissoziation wässriger Salz-, Säure- und Basenlösungen beruht, gelangt W. Nernst zu dem Begriff der elektrolytischen Lösungstension von Metallen, die ein klares Bild von den beim Berühren eines Metalles mit Wasser oder irgend welchen wässrigen Lösungen sich abspielenden Vorgängen gibt. Man kann das Bestreben der Metalle, in den Ionenzustand überzugehen, mit dem Dampfdruck der Flüssigkeiten vergleichen. Wenn Eisen mit reinem oder elektrolythaltigem Wasser zusammenkommt, gehen infolge seines Lösungsdruckes Eisenionen in Lösung, die durch Übertragung der Ladung der Wasserstoffionen positiv geladen werden. Wenn die elektrostatische Ladung der Lösung oder der osmotische Druck der in Lösung gedrängten Eisenionen die Lösungstension des Eisens ausgleicht, geht kein Eisen mehr in Lösung. Dieser Gleichgewichtszustand tritt tatsächlich jedoch nie ein; da Wasser für Sauerstoff ein grosses Lösevermögen hat, wird das im Anfang entstehende $\text{Fe}(\text{OH})_2$ zu $\text{Fe}(\text{OH})_3$ oxydiert und es geht so lange Eisen in Lösung, wie freier Sauerstoff vorhanden ist. Durch die Nernstsche Lehre von der elektrolytischen Lösungstension und durch die überzeugenden Versuche von Heyn und Bauer im Jahre 1908, veröffentlicht in den Mitteilungen des Staatlichen Materialprüfungsamts Berlin-Dahlem, ist bewiesen, dass die von der Säuretheorie für das Rosten von Eisen neben Wasser und Sauerstoff verlangte Kohlensäure nicht erforderlich ist. Da Kohlensäure in der Atmosphäre aber stets gegenwärtig ist, so ist eine eingehende Abwägung des Für und Wider bei den beiden wichtigsten Rosttheorien, der Säuretheorie und der elektrochemischen Theorie, für den praktischen Eisenschutz nicht von ausschlaggebender Bedeutung, und wir können die Frage, durch welche Ursache das erste Eisenatom beim Rosten in Lösung geht, auf sich beruhen lassen. Es genügt die Feststellung, dass zum Rosten nur Wasser und Sauerstoff erforderlich ist und dass Kohlensäure allein oder in Wasser gelöst nicht Rost hervorbringt, dass sie aber wie jede andere Säure im Verein mit den *beiden* Rostfaktoren Wasser und Sauerstoff das Rosten beschleunigt, also in gleicher Richtung wirkt wie die physikalischen Faktoren Wärme und Licht.

Eine dritte wichtige Rosttheorie, die sogenannte Kolloidtheorie hat Friend aufgestellt, weil mit der Säure- und der elektrochemischen Theorie die Feststellung nicht erklärbar ist, dass in neutralem Wasser die Rostgeschwindigkeit mit wachsender Strömungsgeschwindigkeit bis zu einem Höchstwert ansteigt, bei weiterer Steigerung der Strömungsgeschwindigkeit aber zurückgeht, während in einer sauren Flüssigkeit die Rostgeschwindigkeit stets proportional der Strömungsgeschwindigkeit steigt. Friend gibt durch seine Theorie hierfür folgende Erklärung: Das durch Oxydation des in Lösung gehenden Eisens zuerst entstehende $\text{Fe}(\text{OH})_2$ wie das durch weitere Oxydation daraus gebildete $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ist kolloidal gelöst. Dieses $\text{Fe}(\text{OH})_3$ wirkt als Katalysator und oxydiert die nächsten in Lösung gehenden Eisenionen, indem es sich zu $\text{Fe}(\text{OH})_2$ reduziert und bei Gegenwart von überschüssigem Sauerstoff sofort wieder zu $\text{Fe}(\text{OH})_3$ oxydiert. Während also im fließenden sauren Wasser durch grössere Strömungsgeschwindigkeit die Zahl der mit dem Eisen in Berührung kommenden Wasserstoffionen vermehrt wird, wird im fließenden neutralen Wasser unter gleichen Bedingungen das als Sauerstoffüber-

träger wirkende kolloide $\text{Fe}(\text{OH})_3$ von einem bestimmten Grad der Strömungsgeschwindigkeit an von der Eisenoberfläche fortgespült und der Rostangriff dementsprechend vermindert.

Die Bedeutung des Eisens als Katalysator in Natur und Technik ist bekannt. Es sei nur erinnert an die Wirkung der roten Blutkörperchen, an das Schwefelsäurekontaktverfahren und an die Ammoniaksynthese. Die Friensche Katalysator- oder Kolloidtheorie stellt daher eine zutreffende Ergänzung der elektrochemischen Rosttheorie dar; angebracht ist jedoch der Hinweis, dass der Rost nicht nur katalytisch oxydierend wirkt, sondern dass er

1. edler als Eisen ist und daher das Lösen von Eisen fördert,
2. als Depolarisator nach der Formel $3\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{H}_2 = 2\text{Fe}_2\text{O}_2 + \text{H}_2\text{O}$ wirkt, und
3. dass er hygroskopisch ist und auch als stark poröses Gebilde durch Absorption Sauerstoff aufnimmt.

Den drei beschriebenen Rosttheorien liegt die Annahme eines chemisch reinen Eisens zu Grunde. Das technische Eisen zeigt aber infolge von Verschiedenheiten in der Zusammensetzung (Lunker usw.) oder der mechanischen Beanspruchung (Spannungsunterschiede) elektrische Potentialdifferenzen, die neben dem auf Grund der elektrolytischen Lösungstension entstehenden Rost auch für sich zur Rostbildung führen.

Nach Erkennung der Ursachen des Rostens ergibt sich für die Frage des Eisenschutzes gegen Rost die einfach klingende, aber schwer zu erfüllende Forderung, dass der gleichzeitige Zutritt von Wasser und Luft zum Eisen verhindert werden muss, es sei denn, dass man das Eisen durch Legierung mit anderen Metallen soweit veredelt, dass es rostbeständig wird.

Dieser Weg ist mit der Herstellung der Chromnickelstähle von der Art der Kruppschen VA-Stähle besprochen worden. Wenn auch schon Hunderte von Tonnen dieses Edelstahl hergestellt werden und in manchen Industrien, wie bei der Brauerei in Form von Bierfässern, weitgehende Verwendung finden, so ist ihr Preis doch noch so hoch, dass sie wohl für die Herstellung hochwertiger Geräte, nicht aber für den allgemeinen Gebrauch, insbesondere für Eisenbauten und als Schiffsbekleidungsbleche, vorläufig in Frage kommen.

Neuerdings ist auch empfohlen worden, das Eisen in billigerer Weise durch Zusatz geringer Mengen Kupfer (0,25 %) rostsicher zu machen. Die bei der Deutschen Reichsbahn-Gesellschaft hiermit angestellten Versuche haben in Übereinstimmung mit denen des Staatlichen Material-Prüfungsamts in Berlin-Dahlem, entgegen amerikanischen Berichten ergeben, dass der erhoffte Erfolg nicht erreicht wird.

Aus wirtschaftlichen Gründen und um die hohen Festigkeitseigenschaften des Eisens als Werk- und Baustoff beizubehalten, wird für den grössten Teil des verarbeiteten Eisens der Schutz gegen Rost für absehbare Zeit noch in einem möglichst dichten Abschluss der Eisenaussenflächen gegen die Atmosphären mittels eines weniger angreifbaren Stoffes als Eisen bestehen müssen.

Nicht für Eisenbauten, wohl aber für Anlagen kleineren Umfangs kommt das Überziehen des Eisens mit Metall \ddot{e} n infrage, und zwar entweder mit solchen, die unedler als Eisen sind, vor allem Zink, oder mit edleren Metallen, wie Zinn, Blei, Nickel und Chrom. Für Gegenstände, die nicht mechanischen Beanspruchungen ausgesetzt sind, genügt meist ein Überzug von einigen $\mu\mu$ Dicke. Andernfalls ist mit einer Dicke von einigen μ bis 0,2 mm. zu rechnen. Bei der Wahl des Metallüberzuges muss der spätere Verwendungszweck der Geräte berücksichtigt werden. So muss z.B. bei Eisenfässern für den Petroleumversand von inneren Schutzüberzügen mittels Blei oder Zink abgesehen werden, weil die im Petroleum vorhandenen Säuren (Naphtensäuren) Zink und Blei in Lösung bringen, wodurch das Petroleum beim Lagern in solchen Fässern seine vorher vorhandene gute Brennfähigkeit verliert. Das vorzeitige Verlöschen von Signallampen im Eisenbahnbetrieb konnte auf übermässige Verkrustung der Dochte durch Abscheidung von Zink- und Bleiverbindungen zurückgeführt werden, die im Petroleum gelöst waren.

Bei verzinn- oder vernickelten Gegenständen ist insofern nicht von einem Eisenschutz zu sprechen, weil das Eisen hier nur der Träger der aus ästhetischen Gründen zur Oberflächenbedeckung verwendeten witterungsbeständigen Metalle ist und diese, weil sie edler als Eisen sind, zudem nur solange rostverhindernd wirken, wie Feuchtigkeit und Luft nicht zum Eisen dringen können.

Als wirklicher Eisenschutz kann dagegen das Überziehen mit Zink gelten, das unedler als Eisen ist, aber durch die Atmosphäre nur oberflächlich angegriffen wird. Bei den verschiedenen Verzinkungsverfahren unterscheidet man *Feuerverzinkung* durch Eintauchen des Eisens in geschmolzenes Zink, *galvanische Verzinkung* in sauren oder alkalischen Zinksalzbädern, deren gegen die Feuerverzinkung grössere Witterungsbeständigkeit von Burgess auf die grössere Reinheit des niedergeschlagenen Zinks zurückgeführt wird, weiter das *Sherardisier-Verfahren* durch Behandeln des Eisens in mit Zinkstaub und Sand gefüllten sich drehenden Trommeln, die bis unterhalb des Schmelzpunktes von Zink erhitzt werden, und endlich die *Schoopsche Spritzverzinkung*, bei der das zur Erreichung eines gut haftenden Metallüberzuges mittels Sandstrahlgebläse aufgerauhte Eisen mit Gasgebläsespritzpistolen verschiedener Bauart behandelt wird, die auch die Innenverzinkung von Röhren ermöglichen.

Zur Erzielung eines festhaftenden Zinküberzuges ist es im allgemeinen erforderlich, dass das Eisen vorher durch Abbeizen mit Salzsäure vom Rost befreit wird. Die bei der Deutschen Reichsbahn-Gesellschaft häufig gestellten Schadenersatzansprüche für durch Korrosion beschädigte Eisenbahn-Sendungen von verzinktem Eisendraht und — blech, haben bei Nachprüfung gezeigt, dass die in ihren letzten Resten schwer entfernbare Beizsäure regelmässig den Anlass zur Beschädigung, einer von innen ausgehenden Korrosion der Drähte und Bleche, gegeben hat. Die Schwierigkeit einer vollständigen Rostentfernung bei Eisenbauten, wie auch die für Spritzverzinkung aufzuwendenden verhältnismässig hohen Kosten (bei einfacher Verzinkung je qm 10,— M., und 25,— M. wenn zuerst Aluminium und dann Zink aufgebracht wird, wozu gegebenenfalls noch die Kosten für das Auf-

bringen eines die Lebensdauer des Zinks verlängernden Ölfarbanstrichs hinzu-
kommen) wird dieses einen sehr guten Schutz gegen Rost bietende Verfahren
kaum zur allgemeinen Anwendung bei Eisenbauten kommen lassen.

Der wirtschaftlich wichtigste Schutz des Eisens gegen Rost wird daher weiter-
hin der Farbanstrich trotz der ihm anhaftenden Mängel bleiben. Diese sind vor
allem in der verhältnismässig schnellen Vergänglichkeit der zur Verfügung ste-
henden organischen Bindemittel begründet, während die Wahl der geeigneten an-
organischen Farbkörper weniger Schwierigkeiten bereitet.

Es ist bekannt, dass reiner Leinölfirnis keinen nennenswerten Schutz gegen
Rost bildet, weil er ein aus verschiedenen hoch oxydierten und verschiedenen festen
Leinöl-Sauerstoffverbindungen neben noch flüssigem Leinöl bestehendes kolloides
Gebilde darstellt, das ähnlich wie eine Leimschicht je nach dem Feuchtigkeits-
gehalt der Luft Wasser aufnimmt und wieder abgibt und dadurch einem häufigen
Wechsel von Quellen und Schrumpfen unterliegt, der unter Mitwirkung von Licht
und des Wechsels von Kälte und Wärme zum Altern und schliesslich zum Ver-
rotten des Bindemittels führt. Durch Einkochen des Leinöles zu Leinölstandöl
kann Leinölfirnis erheblich wasserdichter und witterungsbeständiger gemacht
werden, zum wirtschaftlich wertvollen Schutzmittel gegen Rost wird ein solches
Erzeugnis jedoch erst durch den Zusatz geeigneter witterungsbeständiger Farb-
körper. Da diese in der Anstrichfarbe sehr fein verteilt mit dem Bindemittel ver-
mischt sind und ausserdem, soweit sie wie Bleimennige, Blei- oder Zinkweiss ba-
sische Eisenschäften haben, mit den Fettsäuren des Bindemittels zum Teil sei-
fenartige Verbindungen eingehen, ist zweifellos eine chemische wie auch kolloid-
chemische Wechselwirkung zwischen Bindemittel und Farbkörper vorhanden.
Erst hierdurch wird der Anstrich genügend wasserdicht und wetterbeständig und
erhält damit Eigenschaften, die ihn zum Eisenschutzmittel geeignet machen.

Beim Schutzanstrich von Eisen hat sich das Aufbringen von drei Anstrichen als
zweckmässig erwiesen. Der Grundanstrich gilt als der Träger der eigentlichen rost-
verhindernden Wirkung, während die beiden sogenannten Deckanstriche den
Schutz des Grundanstriches zu übernehmen haben und daneben auch bestimmte
ästhetische Wirkungen ausüben sollen.

Auf Grund jahrelanger Erfahrungen der Deutschen Reichsbahn-Gesellschaft
kann der aus Leinölfirnis und Bleimennige bestehende Anstrich als der am besten
vor Rost schützende Grundanstrich bezeichnet werden. Die technische Bleimen-
nige, Pb_3O_4 , ist als ein (leicht zersetzliches) Bleisalz der Orthobleisäure, Bleiortho-
plumbat anzusehen und hat einen mehr oder weniger geringen Gehalt an unge-
bundenem PbO . Dieses überschüssige PbO muss möglichst gering bemessen
sein, weil es in fein verteilter Form zu dem Entstehen von nicht mehr aufrühr-
baren festen Bodensätzen der Bleimennigefarbe beiträgt und damit deren restlose
Verwendung häufig verhindert. Dieser Mangel, wie auch das schnelle Absetzen
der gewöhnlichen Handelsbleimennige und ihre damit zusammenhängende un-
gleichmässige Verteilung auf der Anstrichfläche ist durch Erzeugung der so ge-
nannten dispersen Mennige behoben worden. Diese feinpulvrige Mennige ist ent-

sprechend ihrer erheblich vergrösserten Oberfläche viel ölaufnahmefähiger als die gewöhnliche Mennige, neigt nicht zum schnellen Absetzen und ist daher erheblich leichter verarbeitbar. Das wegen des schnellen Absetzens und Eindickens der alten Öl-Bleimennige oft erforderliche Anreiben der Mennige mit Öl am Verwendungsort durch die Maler, das wegen der Giftigkeit der Bleiverbindungen mit gesundheitlichen Gefahren verknüpft ist, ist bei der feinpulvrigen Bleimennige nicht mehr nötig. Sie kann stets streichfertig bei der Verbrauchsstelle angeliefert werden und ihre Verwendung gibt bei ordnungsmässigem Verhalten der Arbeiter zu hygienischen Bedenken keinen Anlass, sodass auf das wichtigste Eisenschutzmittel, Bleimennige, nicht verzichtet zu werden braucht.

Worauf die rostverhindernde Wirkung des Mennigeanstriches zurückzuführen ist, ist noch nicht geklärt. Das keinerlei Deutung gebende Wort „Passivierung“ des Eisens wird besser vermieden. Ein noch mit der Walzhaut behaftetes Eisen setzt dem Rostangriff grösseren Widerstand entgegen als Eisen, das z.B. durch Sandstrahlbehandlung von ihr befreit worden ist. Wahrscheinlich führt die leicht Sauerstoff abgebende Bleimennige zu einer der Walzhaut ähnlichen dünnen, aber dichten Oxydhaut, die das Entstehen von Eisenionen verhindert. Da ausser Bleimennige auch Bleioxyd und Bleiweiss eine, wenn auch nicht der Mennige gleichkommende rostverhindernde Wirkung haben, so ist anzunehmen, dass die Mennige ihre Schutzwirkung nicht nur ihrem Gehalt an Blei sondern vor allem an überschüssigem leicht abgebarem Sauerstoff verdankt.

Die einzelnen Bleimennigesorten zeigen in ihrer rostverhindernden Wirkung Verschiedenheiten. So weit nach laboratoriumsmässigen Verwitterungsprüfungen, sogenannten Kurzprüfungen, schon jetzt eine Beurteilung möglich ist, sind die feinverteilten (sogenannten dispersen) Mennigen den gröber kristallinischen überlegen. Diese Überlegenheit wird im Zusammenhang mit der grösseren Ölaufnahmefähigkeit der fein verteilten Mennige stehen. Für die rostverhindernde Wirkung ist ausser Art des Farbkörpers und Menge des Bindemittels auch die Art des Bindemittels massgebend. Langdauernde Freilagerversuche bei der Chemischen Versuchsanstalt der Deutschen Reichsbahn-Gesellschaft, deren Ergebnisse mit den laboratoriumsmässigen Verwitterungsprüfungen (Kurzprüfungen) gut übereinstimmen, haben gezeigt, dass ein Gehalt an eingedicktem Leinöl im Bindemittel (Standöl) die Wetterbeständigkeit der Deckfarben stark erhöht.

Wenn Bleimennige als bestes Grundiermittel für den Anstrich von Eisen anzusprechen ist, so kommt sie als Deckfarbe nicht infrage, weil sie durch den ultravioletten Teil des Sonnenlichts stark ausgebleicht wird. Als Deckfarbe haben sich gegenüber den unter sich etwa als gleichwertig in dieser Hinsicht zu bezeichnenden Zinkoxyd- und Eisenglimmerfarben Bleiweissfarben als am wetterbeständigsten erwiesen. Die zu diesem Ergebniss führenden Freilagerversuche, die

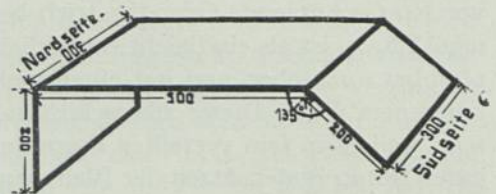


BILD 1

3½ Jahre gedauert haben, sind mittels der in Bild 1 schematisch wiedergegebenen Winkeleisenbleche erzielt worden, bei denen die schräge Fläche während der Versuche nach Süden gerichtet ist. Bild 2 gibt den Zustand der Südfläche von 3 Versuchsblechen wieder, von denen die linke Hälfte einen zweimaligen Bleiweiss — Zinkoxyd — oder Eisenglimmeranstrich und die rechte Hälfte dieselben Anstriche

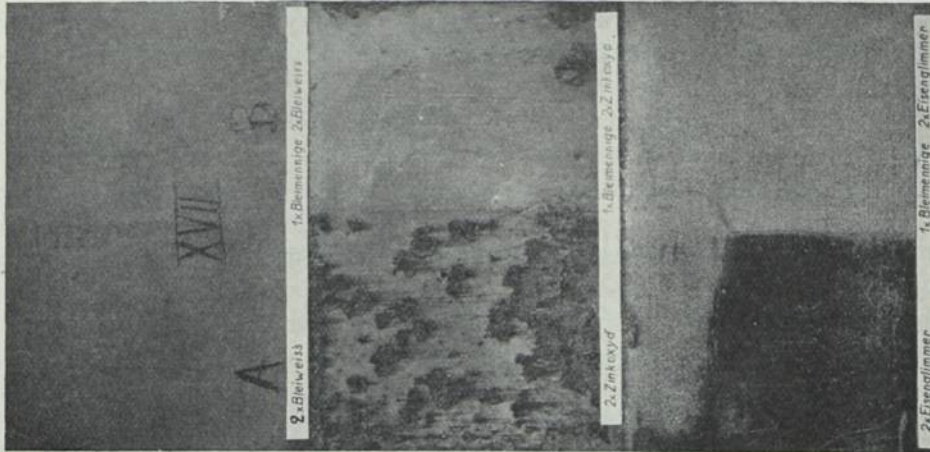


BILD 2

aber mit Bleimennigegrundierung erhalten hat. Das Bild zeigt die stark rostverhindernde Wirkung der Bleimennigegrundierung und ausserdem die Überlegenheit von Bleiweiss gegen Zinkoxyd und Eisenglimmer. [Der Verrottungszustand der oberen wagerechten Flächen der Versuchsbleche muss im Buntfarbenlichtbild gezeigt werden, weil wegen zu starker Verschmutzung dieser Seiten während des 3½ jährigen Aushängens das gewöhnliche Schwarz-Weiss-Lichtbild keine Unterschiede zeigt. Die bunten Lichtbilder der oberen wagerechten Flächen zeigen ebenfalls deutlich die Überlegenheit des Bleiweissanstriches (Bild 3) gegen Eisenglimmer (Bild 4) und besonders Zinkoxyd (Bild 5); der Zinkoxydanstrich ist in 3½ Jahren schon so stark verrottet und vom Regen abgewaschen worden, dass der Mennigegrundanstrich zutage tritt.]

Ungeachtet der Bestrebungen, Bleifarben als Anstrichstoffe soweit wie irgend möglich zu vermeiden, muss daher gesagt werden, dass unter den jetzt vorhandenen Schutzmitteln für Eisen ausser Ölbleimennige standöhlhaltige Anstrichfarbe mit Bleiweiss als Farbkörper die bestgeeignete ist und dass man im Interesse der Wirtschaft auf ihre Verwendung nicht verzichten kann. Durch die Einführung der fein verteilten, sogenannten dispersen Mennige, die nicht nur leichter verstreichbar ist als die früher ausschliesslich benutzte gröbere kristallinische Mennige, sondern die sich auch im Gegensatz zu dieser, selbst nach längerem Lagern, leicht wieder aufrühren lässt und keinen festen unverwendbaren Bodensatz bildet, ist man nicht mehr darauf angewiesen, das Vermischen der trockenen Mennige mit Öl an der Arbeitsstätte vorzunehmen, sondern es kann Mennige — ebenso wie

Bleiweissfarbe — streichfertig an die Verarbeitungsstelle geliefert werden. Die beim Anreiben von trockenen Bleifarben mit Öl von Hand zweifellos vorhandene Gefahr für den Arbeiter ist damit ausgeschaltet, und wenn beim Anstreichen mit Bleifarben die einfachsten Regeln hygienischer Sauberkeit beachtet werden, sind Gesundheitsgefahren bei Verwendung dieser wichtigsten Eisenschutzmitteln nicht mehr zu befürchten.

Von der Benutzung von Farbenspritzvorrichtungen, bei denen das Verstäuben der Farbteilchen nicht vermieden werden kann, muss allerdings bei Bleifarben abgesehen werden.

Da jedoch das Farbenspritzverfahren wegen der Gleichmässigkeit der hiermit erzielten Anstriche und wegen der Schnelligkeit ihrer Herstellung zweifellos die Anstrichtechnik der Zukunft ist, so wird es Aufgabe der Fach-Ingenieure sein, die Verstäubung der Farbe beim Spritzen auf das geringste Mass zu beschränken und ausserdem Schutzmasken herzustellen, die die Arbeiter vor der Aufnahme bleihaltiger Farbnebel schützen.

Der auf den Arbeitslohn entfallende grosse Anteil der Unterhaltungskosten für Eisenbauten (rund 80 % gegen 20 % für die Farben) würde durch dieses Verfahren erheblich herabgesetzt werden können, sodass ein regelmässiger Neuanstrich aller Eisenbauten nach spätestens 5 Jahren im Interesse ihrer Erhaltung und ihres Aussehens durchführbar wird. In der Verwendung der am meisten rostverhindernden Anstrichfarben, disperse Bleimennige und Bleiweiss, verbunden mit der Benutzung von Spritzvorrichtungen, die eine gesundheitliche Schädigung der Arbeiter verhindern, ist der beste, wirtschaftlichste Eisenschutz zu erblicken.

DISKUSSION

Prof. SCHLÄPFER, Zürich

Ich glaube nicht, dass Erforschungen auf dem Rostschutzgebiete mit Erfolg gemacht werden können ohne die Hilfe der Topochemie. Die grundlegenden Arbeiten über topochemische Reaktionen von Kohlschütter bilden eine Fundgrube für Studien auf dem Gebiete des Korrosionsschutzes u. s. w. Diese Arbeiten sind von einer solchen Wichtigkeit, dass es zu wünschen wäre, dass sie auch in Ingenieurskreisen, die mit Materialprüfung zu tun haben, berücksichtigt wurden.

Ing. BAKKER, Rotterdam

Ich habe verstanden, dass Herr Schulz der Walzhaut unter Farbschichten einen schützenden Einfluss gegen Rostschutz zuschreibt. In meiner jahrenlangen Eisenbetonpraxis habe ich dennoch die Erfahrung gemacht, dass diese Walzhaut doch losrostet, weshalb ich empfehle, sie vorher abrosten zu lassen.

Weiter möchte ich fragen, ob die deutsche Reichsbahngesellschaft weniger gute Erfahrung mit Eisenmennige gemacht hat; sonst verstehe ich nicht, warum Herr Schulz die Bleimennige mit einer solchen Wärme empfiehlt.

Ing. SCHOLTE, Haag

Obwohl es hier kein Kongress für Gewerbehygiene ist, wünsche ich doch zu empfehlen, die Gesundheitsbeschwerde nicht ganz ausser Acht zu lassen. Die Bleivergiftungsgefahr für die Arbeiter rührt nicht nur her von der Anreibung der Farben, so dass es unrichtig wäre, zu glauben, dass diese Gefahr verschwinden wird, wenn nur mit Ölangeriebene Mennige an der Arbeitsstelle verwendet werden sollte. Die Vergiftungsgefahr besteht ebenfalls, ist vielleicht grösser beim Abkratzen der alten Farbschichten und auch beim Abbrennen resp. autogen Zerschneiden von mit Mennige angestrichenen Eisenkonstruktionen.

ANTWORT DES HERRN DR. SCHULZ

Ich bin von dem Vertreter des Reichsbahn-Zentralamts Berlin so eben darauf aufmerksam gemacht worden, dass bei der deutschen Reichsbahngesellschaft noch andere Versuche mit kupferhaltigem Eisen laufen, die noch nicht abgeschlossen sind. Ich gebe dies als Ergänzung zu meinem Vortrage bekannt. Bestehen bleibt jedoch, dass die bisherigen Werkstattversuche, wie auch die in der chemischen Versuchsanstalt Kirchmöser der deutschen Reichsbahngesellschaft angestellten Korrosionsversuche die Versuchsergebnisse des staatlichen Materialprüfungsamts in Berlin-Dahlem bestätigt haben.

Auf den von dem ersten der Herren Diskussionsredner erhobenen Einwand, dass die Hauptvergiftungsgefahr bei der Verwendung bleihaltiger Farben gelegentlich der Entfernung alter bleihaltiger Anstriche auftrate, ist folgendes zu erwidern:

1. Das Anreiben von Bleifarben durch die Maler ist wegen der dabei unvermeidlichen Entwicklung und Aufnahme von bleihaltigem Staub gesundheitsgefährlich, und die Möglichkeit der Verwendung einer stets streichfertig bleibenden Mennigefarbe, die das gefährliche Anreiben der trockenen Mennige durch die Maler überflüssig macht, ist auf jeden Fall nicht nur ein technischer, sondern auch hygienischer Vorteil.

2. Alte Bleifarbenanstriche können durch Sandstrahlgebläse im Nassspritzverfahren entfernt werden, wodurch die Entwicklung von schwebendem, bleihaltigen Staub vermieden werden kann. Der dabei auf dem Eisen stehende Flugrost ist, wie Vergleichsversuche mit Anstrichen auf blankem Eisen und auf Eisen mit Flugrost gezeigt haben, unschädlich. Es scheint sogar, als ob der Flugrost darüber hinaus, ähnlich wie die Walzhaut des Eisens, bis zu einem gewissen Grade rostverhindernd wirkt. Es liegt in beiden Fällen zweifellos eine Ähnlichkeit mit dem als „Passivierung“ bezeichneten Oberflächenzustand des Eisens vor, der bekanntlich auch auf die Bildung einer dünnen, aber dichten Eisenoxydhaut zurückgeführt wird. Durch ihre grössere Dichte unterscheidet sich diese Eisenoxydhaut wesentlich von dem schwammigporösen Eisenrost, der Feuchtigkeit und Sauerstoff an der Luft leicht absorbiert und dadurch ein weiter fortschreitendes Rosten des Eisens fördert.

Im Anschluss an diese Betrachtungen über die ähnliche Auswirkung des Flug-

rostes mit der Walzhaut gehe ich auf den Hinweis eines andern Diskussionsredners ein, dass die Entzunderung des Eisens vor dem Anstrich als notwendig angesehen werden müsse. Auch ich bin dieser Ansicht, denn später abblätternde Zunder würde den darauf liegenden Anstrich mit fortreissen und damit das Eisen seines Schutzes berauben. Mein Hinweis auf die das Rosten erschwerende Wirkung der Walzhaut bedeutet keine Empfehlung, Eisen nicht mehr zu entzundern, sondern sollte nur dazu beitragen, die rostverhütende Wirkung des Bleimennige-Anstrichs zu erklären, die hauptsächlich auf deren Eigenschaft zu beruhen scheint, leicht Sauerstoff abzugeben, und dadurch das Eisen mit einer feinen, dichten Eisenoxydhaut zu überziehen, die das Entstehen von Eisenionen verhindert.

Auf die Frage schliesslich, ob schon Erfahrungen mit Eisenmennigefarbe als Schutzanstrich für Eisen vorliegen, ist zu antworten, dass meine Vergleichsversuche die grosse Überlegenheit der Grundierung mit Mennigefarbe als Eisenschutz gegenüber anderen basischen wie auch neutralen Ersatzfarbstoffen, auch gegen Eisenmennige, bewiesen haben.

SOME METHODS OF TESTING PAINT AND VARNISH MATERIALS ¹⁾

by

PERCY H. WALKER

Assistant Chief, Chemistry Division, Bureau of Standards.

INTRODUCTION

It would be impossible in the time that can be given to this paper to present anything like an adequate review of all the useful methods of testing paint and varnish. Therefore, instead of attempting any general and comprehensive description of this field of endeavour, I will confine myself to certain phases of the general subject which have been studied with more or less success in the Paint and Varnish Section of the United States Bureau of Standards.

Brushing and Flowing Tests. — While an experienced man can generally form a very good opinion as to the working properties of a paint by brushing it on any suitable surface, he is very likely to overlook serious defects in the material under test if he applies the paint to a horizontal panel of opaque material. Furthermore, the appearance of many paints is influenced by the character and amount of brushing. Hence it is advisable to flow and brush the paint on a glass plate and allow it to dry in a nearly vertical position. If visual examination by transmitted light of the part flowed on the glass shows a streaky or runny appearance, this is proof that the paint has not been properly made. It is too thin. A wrinkled appearance of this flowed film is not proof that the paint is too thick. Even with satisfactory oil paints inspection, by transmitted light, of the brushed film will show the futility of expecting complete covering of a surface with one brush coat.

In addition to the above tests it is very instructive to spread the paint on a rotating clear-glass disc ²⁾. Examining by transmitted light films prepared in this way one can readily see the characteristic difference between films of typical oil paint and typical varnish or enamel paints. An oil paint gives a film which is much the thickest at the centre of the plate and tapers out to a thin film at the circumference. The film of an enamel paint is much more nearly uniform in thickness over the

¹⁾ Published by Permission of the Director of the National Bureau of Standards of the U. S. Department of Commerce.

²⁾ Walker and Thompson, Proc. A. S. T. M. 22, Part II, 464 (1922).

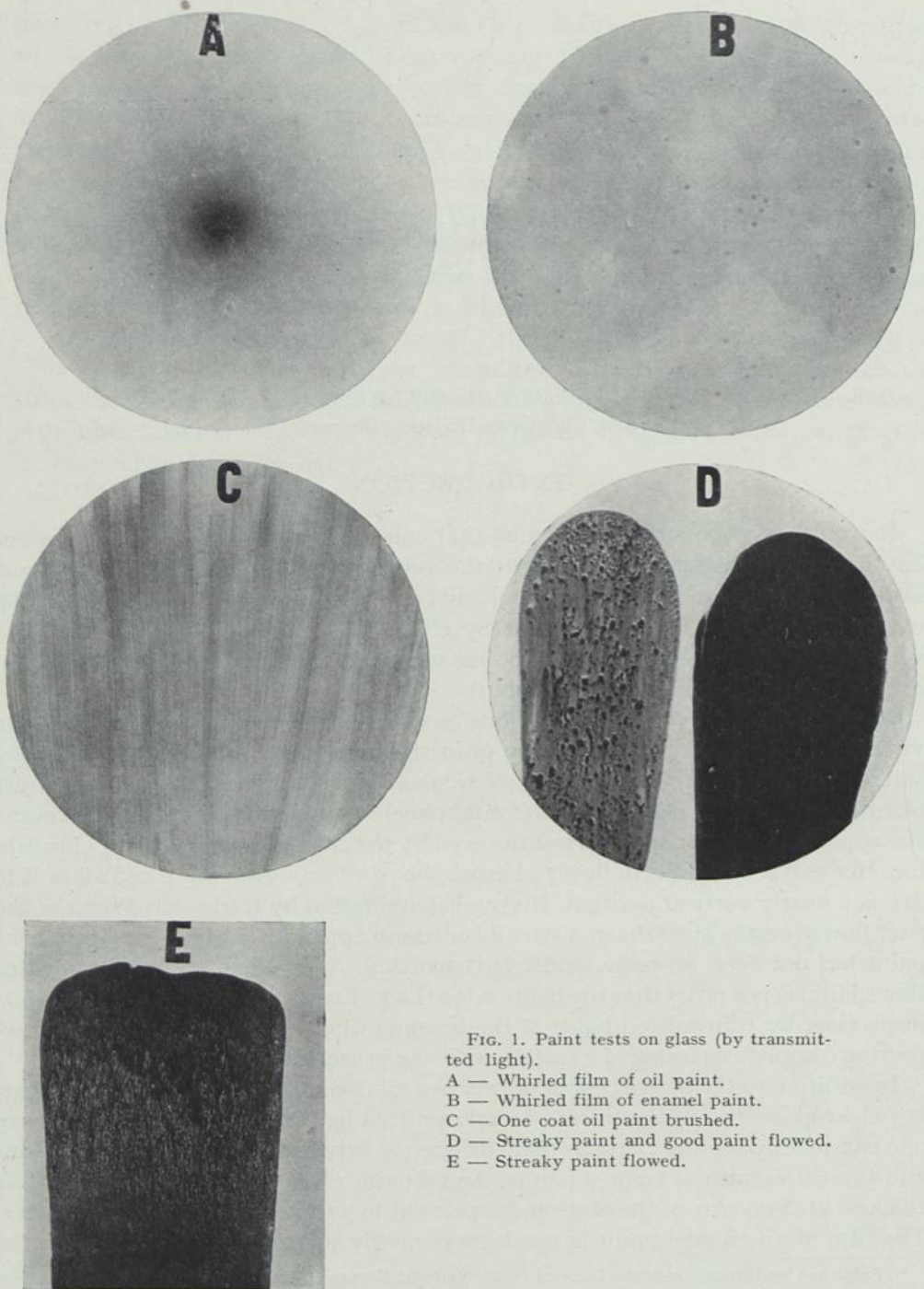


FIG. 1. Paint tests on glass (by transmitted light).

- A — Whirled film of oil paint.
- B — Whirled film of enamel paint.
- C — One coat oil paint brushed.
- D — Streaky paint and good paint flowed.
- E — Streaky paint flowed.

whole plate. Fig. 1 shows typical examples of these tests on glass. While these tests are qualitative rather than quantitative, it is the author's opinion that more reliable information can be obtained by such simple tests than by any quantitative methods that have been proposed for measuring the consistency and working quality of mixed paints of brushing consistency.

Consistency of Paste Paints. — The term "consistency" as commonly applied to paste paints is frequently expressed by such terms as "stiff", "medium stiff", "soft", "semipaste", "runny", etc. Hickson ¹⁾ has shown that the penetrometer ²⁾ used for greases can be satisfactorily adapted to the measurement of the consistency of paste paints. The apparatus used is illustrated in Fig. 2. The double-taper cone shown at the right in the figure has a total weight of 50 g, the time of release is 5 seconds, and the penetration is read directly on the scale in tenths of a millimeter. It is suggested that different types of paste paints can be roughly grouped in the following classes:

	<i>Penetration</i>
Very stiff pastes	less than 100
Stiff pastes	100 to 175
Medium stiff pastes	175 to 250
Semipastes	250 to 325
Runny (thin) pastes	325 to 430

The test does not make a distinction between the "length" and "shortness" of paste paints (which probably depend upon at least two factors: yield value and mobility) nor does it measure their tackiness or stringiness. It does enable, for example, a purchaser of a medium-stiff paste to determine whether the material offered is of the desired consistency.

Hiding Power. — The most satisfactory method of determining the hiding power of paint is that of Bruce ³⁾. The paint is spread on a 10-inch circular disc of opaque glass, one half of which is black and one half white. The halves are cemented rigidly together upon a glass backing and the plate is then ground to a very flat semipolished surface. The plate is clamped to a vertical spindle capable of rotation. Twenty or 30 cc of paint, which has first been passed through a fine sieve, is poured upon

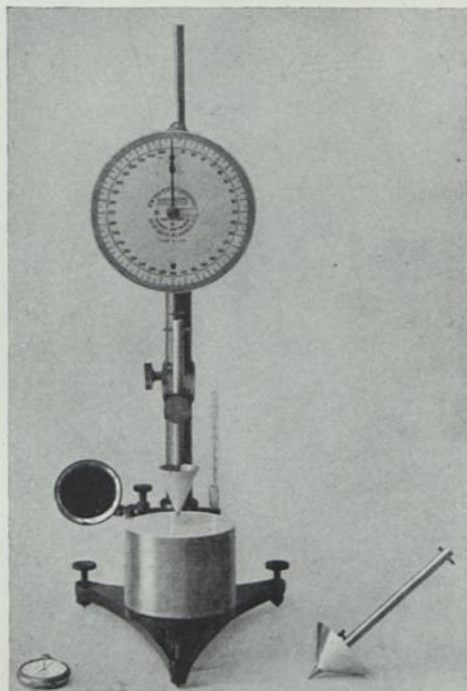


FIG. 2. Apparatus for determining consistency of paste paints.

¹⁾ Cir. No. 300 of the Scientific Section, Educational Bureau, American Paint and Varnish Mfrs. Assn., January, 1927.

²⁾ A.S.T.M. Tentative Standards 1926, p. 416, D. 217—26 T.

³⁾ A Photometric Method for Measuring the Hiding Power of Paints, H. D. Bruce. Bureau of Standards Tech. Paper no. 306 (January 16, 1926).

the centre of the plate and the spindle set in motion. The plate thus spins on an axis through its centre and all excess paint is quickly thrown off by centrifugal force, leaving a film of very fine appearance and with a surface nearly free from imperfections. The thickness of a film of an oil paint made in this way tapers from a small peak in the centre to a minimum at the outer edge. Thus upon a single whirled plate measurements of a number of different film thicknesses can be made. The film is

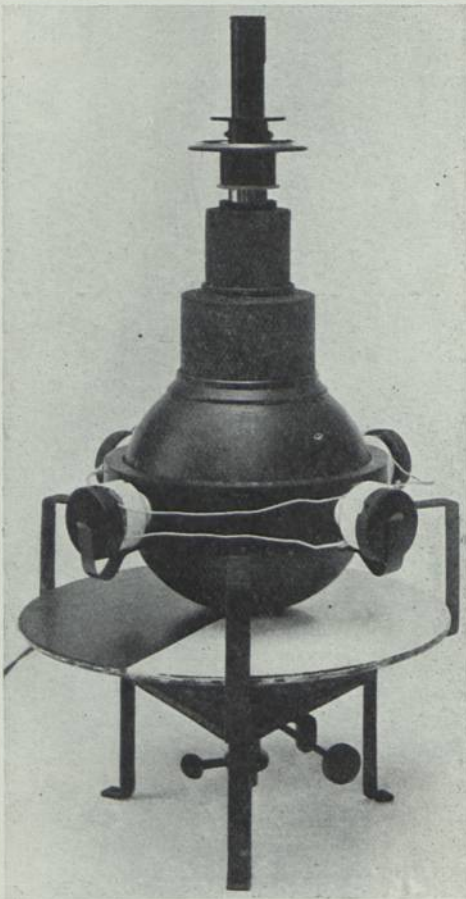


FIG. 3. Apparatus for determining hiding power of paint

allowed to dry and the contrast between the two halves at any point and the thickness of the dry film at this point are measured. Fig. 3 shows the apparatus used. The lightingsphere is made of two steel hemispheres the interiors of which are glazed with white vitreous enamel or, better, coated with matte-white magnesium oxide deposited as "smoke" from burning magnesium ribbon. Symmetrically arranged within the sphere are four small 9-volt lamps. At the bottom of the sphere is an opening 3 cm in diameter against which the test surface is held. The photometer is so set that practically no specularly reflected light can enter it. When a photometric reading is to be made, the plate covered with the dry paint film is clamped against the opening at the bottom of the sphere so that the desired spot along the diameter separating the two halves of the plate will be under observation and so that the two photometer fields are illuminated, one by light from the black and the other by light from the white side. The light is adjusted to a moderate degree of intensity, as the sensitiveness of the eye for small variations in brightness is highest for moderate brightness.

Readings are made by rotating a Nicol prism until the two fields are matched, that is, brought to the same brightness. The angle of rotation, which varies with the contrast between the two sides of the plate, is read from a scale graduated on the photometer. Actually two readings are usually made, the second with the optical system rotated 180° . This is done to compensate for any possible errors in the mechanical adjustment of the optical system ¹⁾.

¹⁾ A preferable alternative would be to reverse the position of the black and white sides, which will

The degree of hiding of the particular thickness of paint film examined is measured in terms of the ratio of B, the brightness of the black side, to W, the brightness of the white side, and is calculated from the angles as follows:

$$\text{Contrast ratio} = \frac{B}{W} = \text{Cot } \theta_1 \cdot \tan \theta_2$$

θ_1 is always the larger of the two angles.

The thickness of the dry film is then measured directly by an Ames' dial shown in Fig. 4. A reading is taken upon the paint film, the film then removed with a knife and a second reading taken upon the bare plate. The difference is the film thickness. Readings are made directly to 0.01 mm and estimated to 0.001 mm.

From a consideration of the absorption and scattering of light during its passage through successive layers of translucent material it seems certain that total hiding by a paint film could theoretically be possible only at infinite thickness; but since the eye can not distinguish between two parts of a surface one of which is 98 per cent as bright as the other, we may say that the hiding power of a paint is derived from that thickness of a dry film at which the black side of the plate is 98 per cent as bright as the white side of the plate. This is called the *hiding thickness*. While in many cases a point on the wedge-shaped paint film at which the reflection from the black side is 98 per cent of that from the white side can be found and directly measured, it is always troublesome and sometimes practically impossible to locate such a point. However, Bruce in the paper cited shows that the contrast ratio can be measured upon a thinner film and the hiding thickness computed from an empirical formula as follows:

$$X = 7a \sqrt{\frac{1}{b} - 1} \text{ where}$$

a = the measured film thickness

b = the measured contrast ratio

X = the hiding thickness of the paint

The paper includes a graphical solution of this equation for contrast ratios from 0.70 to 1.00 and film thicknesses from 0.04 to 0.15 mm.

The *hiding power* is expressed in terms of area which a unit volume of paint will compensate for inequality of illumination as well as errors in the mechanical adjustment of the optical system.

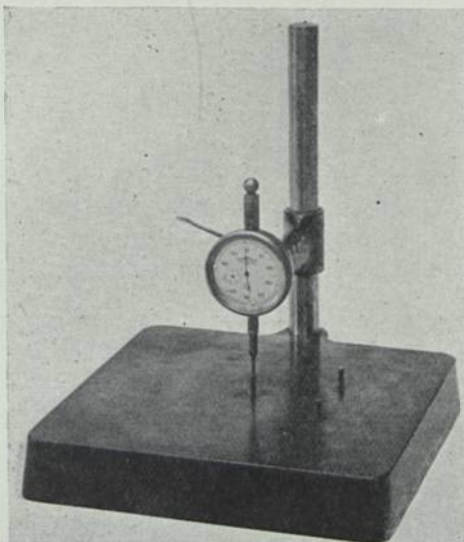


FIG. 4. Dial gage for measuring thickness of paint films

cover and hide. In order to compute the hiding power it is necessary to know the volume percentage of volatile matter in the paint, which is computed by the formula:

$$X = \frac{ac}{b} \text{ where}$$

a = specific gravity of the paint

b = specific gravity of the volatile constituent

c = weight percentage of the volatile constituent

X = volume percentage of the volatile constituent.

While it is perhaps not strictly true that all of the volatile thinner evaporates away and that the nonvolatile portion undergoes no change in volume on drying it is a sufficiently close approximation for all practical purposes.

A table in Bruce's paper gives the number of square feet per gallon for thickness of dry films from 0.01 mm to 0.20 mm and from 0 to 90 per cent volatile matter. Briefly, Bruce has shown that the hiding power of a paint can be measured in these six steps:

1. A black and white plate is coated with paint
2. The paint coating is allowed to dry
3. The contrast ratio is measured with a photometer
4. The film thickness is measured with a gage
5. The hiding thickness is computed from the formula $X = 7a \sqrt{\frac{1}{b} - 1}$

where a = the measured film thickness

b = the measured contrast ratio

X = the hiding thickness of the paint

6. The hiding power is then calculated from the formula:

$$\begin{aligned} \text{HP} &= \frac{0.4075 (100 - \text{volume per cent volatile})}{\text{hiding thickness in mm}} \text{ ft. }^2/\text{gal.} \\ &= \frac{0.10 (100 - \text{volume per cent volatile})}{\text{hiding thickness in mm}} \frac{M^2}{1} \end{aligned}$$

*Hardness of Varnish*¹⁾. — The swinging beam method depends upon the observed fact that the period of vibration of a lightweight beam supported as shown in Fig. 5 is practically independent of the hardness of the supporting surface, but the decrease in amplitude is more rapid on a soft than on a hard surface. Fig. 5 shows the apparatus without the glass case in which it is used. For details see the original paper. The varnish is spread by whirling on a glass plate, allowed to dry and the time in seconds for a selected decrease in amplitude, for example, from 45° to 22.5°, determined. The ratio of this time to the time for the same decrease in amplitude when the beam is supported on a smooth very hard surface (plate glass, polished steel or polished quartz) is the "Swinging Beam Factor". The method detects

¹⁾ Walker and Steele, "The Swinging Beam Method of Testing Varnish Films", Cir. 229, Scientific Section, Educational Bureau, American Paint and Varnish Mfrs. Assn., March, 1925.

small differences in hardness. Shellac varnish, for example, while apparently dry in a few hours increases in hardness for several days. This is probably due to the very slow evaporation of the last portions of alcohol which may well be the explanation of the frequent blistering of oil varnish when applied over shellac. Changes in humidity have a marked influence on varnish films. For example, a film of spar var-

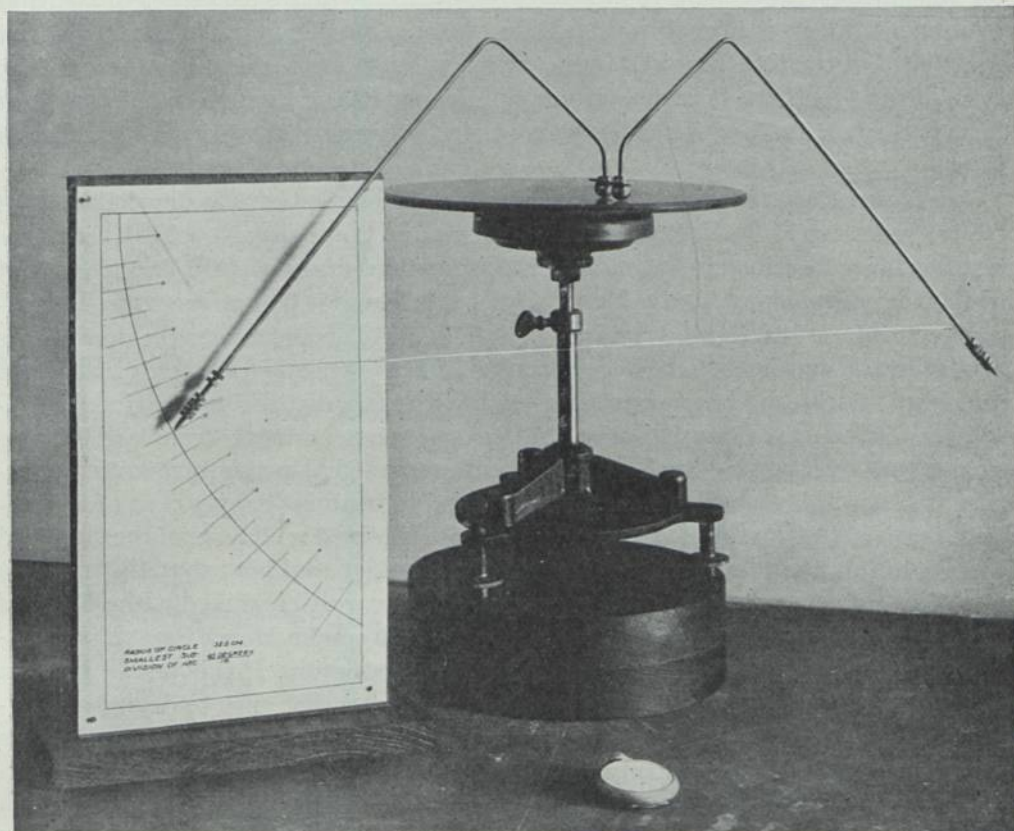


FIG. 5. Swinging beam apparatus for determining hardness of varnish (without glass case)

nish on drying during a week when there was considerable variation in humidity gave the following results:

Drying period	2 days	4 days	6 days	7 days
Swinging beam factor	0.353	0.387	0.240	0.447
Humidity at time of determination	50 %	60 %	80 %	50 %

Temperature changes also have marked effects. It is therefore advisable to work under definite conditions of temperature and humidity.

Shortly after the swinging beam method was published Dr. A. H. Pfund of Johns Hopkins University ¹⁾ devised a method based upon measuring the diameter of

¹⁾ Prov. S. A. T. M. 25, Part. II, p. 394 (1924).

the circle of contact between the varnish and a small sphere while the two are still in contact. The original Pfund apparatus could be used only on transparent coatings on glass, but the apparatus has since been modified for use on opaque surfaces although a description of this latest form has not been published. It is, however, in use in at least one of the large industrial laboratories. The swinging beam method uses cheap and easily made apparatus while the Pfund method uses more expensive equipment. There is probably little difference in ease of manipulation in the two methods, but the time required in the swinging beam method is much greater than in the Pfund method. It is the writer's opinion that the Pfund method in its latest form is the best method for determining the relative hardness of varnish and paint films.

The Kauri Reduction Test. — This extremely valuable test was developed about twelve years ago by L. V. Pulsifer of Valentine and Company, New York City. The test has been described in a number of specifications and standard methods ¹⁾ but while it is common knowledge that Pulsifer originated it no one seems to have recorded this fact. Briefly, the test is to add, in definite proportion to the nonvolatile matter in the varnish, a solution of "run" kauri (the residue left after distilling 25 cent from kauri resin) in two parts by weight of freshly distilled turpentine. The resulting mixtures are flowed on tin plate; baked for five hours at 95° to 100° C., cooled and bent over a 3-mm. rod. The results are recorded as percentage kauri reduction. For example a varnish on analysis is found to contain 48.0 per cent of nonvolatile matter. One hundred grams of the varnish is mixed with 24 g. of the standard kauri solution, the mixture flowed on tin plate, baked, and bent over the rod. The film does not crack. Another 100-g. portion of the varnish is mixed with 28.8 g. of the standard kauri and on treating as above the film cracks. Hence the sample passes a 50-per-cent and fails on a 60-per-cent kauri reduction. If this test is used in connection with such simple tests as approximate viscosity, time of drying and behaviour of dried film on exposure to cold and hot water one can often predict the relative durability of spar varnishes. While the value of this test as applied to varnishes has been demonstrated and it is widely used for testing them, it has been used to only a limited extent in testing paint ²⁾. The writer believes that it may prove of value in testing paint and suggests that its possibilities be thoroughly studied by all who are interested in developing practical methods for testing paint.

Durability. — Durability tests to be of value should give comparative results which agree with the comparative durability in service of the materials considered. It would seem that carefully conducted exposure tests should give positive information on this question, but the facts are that such tests are frequently misleading. Unavoidable and unforeseen differences in the underlying surface on which the paint is applied and differences in application cause effects on the test panels independent of the quality of the coating material. Of even more importance is the lack

¹⁾ Bureau of Standards Circular 103, 4th Ed.; A. S. T. M. Standards, D. 154—24.

²⁾ See „A Study of Commercial Flat Wall Paints” by E. F. Hickson, American Paint and Varnish Mfrs. Assn. Circular 305, March 1927.

of any accurate and quantitative method of evaluating painted panels. Competent, experienced observers frequently draw widely varying conclusions from the same panels. One of the most carefully executed and widely known series of exposure tests was the Havre de Grace Bridge Test of the American Society for Testing Materials. Nineteen paints designed as protective coatings for steel were used. Each of these paints was applied in three spreading rates, — 600, 900 and 1200 sq. ft. per gallon. Triplicate panels were used for each spreading rate, making nine panels for each paint. The panels were exposed in November, 1906. The work was done with the utmost care and the various inspections were made by competent men experienced in such work. The divergent opinions of competent observers mentioned above are well illustrated in the following selection of five of these nineteen paints ¹⁾).

TABLE I

Rating of Five Out of Nineteen Paints Inspected May, 5, 1910

Paint	Examined for	Aiken	Mac Naughton	Tassin	Thompson	Hume	Average	Max.	Min.
2	A	8	9	1 ²⁾	8	9	8.5	9	1
	B	10	6	1 ²⁾	8	9	8.2	10	1
	C	6.44	6	1 ²⁾	4.33	4.66	5.3	6.44	1
10	A	8	9	10	6	9	8.4	10	6
	B	9	6	10	6	9	8.0	10	6
	C	10	9	10	8	9	9.2	10	8
11	A	9	9	10	6	7	8.2	10	6
	B	9	6	10	7.14	9.66	8.4	10	6
	C	10	8	10	7.14	9	8.8	10	7.14
13	A	8	10	10	8	9	9	10	8
	B	10	10	10	10	10	10	10	10
	C	8.55	7	10	6	9	8.1	10	6
14	A	9	9	10	8	8	8.8	10	8
	B	10	9	10	10	10	9.8	10	9
	C	10	8	10	6	9	8.6	10	6

The inspection was made May 5, 1910. The examination of the panels was divided into three heads, viz.:

¹⁾ Taken from Proc. A.S.T.M., X, 105—106 (1910).

²⁾ These values were not considered in computing the average of paint no. 2.

A. Chalking

B. Checking, cracking, "alligatoring", etc.

C. General surface condition, with a marking for each as follows:

Excellent	10 to 8
Good	8 to 6
Fair	6 to 4
Poor	4 to 2
Failure	2 to 0

"As far as possible members of the sub-committee were requested to pair off with such other members of Committee D-1 who were present though not of the sub-committee on inspection. Those of the sub-committee present were *W. A. Aiken, Chairman, *G. W. Thompson, *M. MacNaughton, *A. P. Hume, Anderson Polk, A. H. Sabin, *Wirt Tassin. Those marked with an asterisk (*) sent in individual reports. Mr. A. H. Sabin was the only one who collaborated with any other member of the sub-committee; he was with the chairman, who also was accompanied by Mr. Gibboney of Committee D-1. The individual marks were averaged from all nine panels, covering three rates of spreading."

Another lot of 51 panels was inspected by a committee of seven members on April 15, 1910 ¹⁾ and by a committee of four on June 28, 1911 ²⁾. Three of the four members of the 1911 committee were also members of the 1910 committee. In the 1910 ratings eighteen panels had a maximum rating of 10 and only six of these a minimum rating as high as 8 and eight had a minimum rating of 6 or less. Sixteen panels had a maximum rating of 9 with only four of these having a minimum rating of 8 and eight having a minimum rating of 5 or less. The variation in the remaining seventeen panels is proportionally as great, with the exception of two which were marked 0 by all members of the committee. Table 2 showing results on seven of these panels was compiled from the two reports.

TABLE 2
Rating of Seven Out of Fifty-One Paints

Paint no.	Date of inspection	W. H. Walker	P. H. Walker	Gardner	Chapman
7	4/15/10	—	9	8	8
	6/28/11	3	4	5	7
24	4/15/10	—	5	5	8
	6/28/11	5	7	2	8
333	4/15/10	—	7	9	9
	6/28/11	4	4	7	3

¹⁾ A.S.T.M. Proceedings X, 73 (1910).

²⁾ A.S.T.M. Proceedings XI, 192 (1921).

TABLE 2

Paint no.	Date of inspection	W. H. Walker	P. H. Walker	Gardner	Chapman
555	4/15/10	—	9	8	9
	6/28/11	9	9	6	9
777	4/15/10	—	9	8	9
	6/28/11	7	10	5	7
100	4/15/10	—	10	7	9
	6/28/11	7	8.5	4	8.5
5555	4/15/10	—	1	0	3
	6/28/11	4	8	2	7

Not only does this table show wide variation of opinion among competent observers examining the same panels but it will be noted that all of the three observers who took part in both inspections rated one paint higher and one of the three rated two other paints higher in 1911 than in 1910.

These published results have been quoted in considerable detail to justify certain recommendations regarding the proper method of making exposure tests, which without adequate explanation would be rejected by many makers of such tests, because the procedure is a radical departure from what has generally been considered good practise.

Size of Exposure Panels. — Contrary to the usual opinion and to the opinion formerly held by the writer, exposure panels should be small rather than large. Large panels can not be moved from the exposure racks and examination must be made under the varying conditions of illumination that one has in the open air. If in addition to the notes made by the inspector, photographs are taken they are of necessity smaller than the original panel or show only some arbitrarily selected part of the panel. Small panels can be taken indoors, examined under fixed conditions of illumination with definite magnification when advisable, and if photographs are taken these can be of greater size than the panel, with resulting magnification.

Preparation of Exposure Panels. — It is a waste of time to make tests on single coats of protective coatings. The illustrations of what can be seen from single coats on glass shown in Fig. 1 demonstrate that one can never rely upon complete covering with one coat. At least two and preferably three coats should always be applied.

Protection of Back and Edges. — Three coats of aluminum paint (25 grams of polished aluminum powder to 100 cc of long-oil water-resisting spar varnish) are applied to the back and edges of the panel. This aluminum paint is very waterproof

and gives excellent protection to both wood and steel. Since during exposure it is not exposed to the sunlight it may be relied upon to last longer than any material being tested on the exposed surface.

Position of Exposure ¹⁾. — Since of all the factors entering into weather tests, sunlight is by far the most important, test panels should be exposed so as to get the maximum sunlight. It is obvious that a fixed plate anywhere in the northern hemisphere will receive the greatest amount of illumination averaged for all hours of the day and all days of the year if placed facing south and at an angle to the horizontal the same as the latitude of the place of exposure. It is, however, not easy to make racks at odd angles such as 41, 39 degrees, etc., and for the north temperate zone an angle of 45° facing south is recommended. For latitudes in the United States (Key West, 24° to Seattle, 48°) the ratio of normal intensity exposed at 45° to that when exposed at the latitude angle varies from 0.934 (Key West) to 0.999 (Seattle) and the ratio of normal intensity when exposed in vertical position to that exposed at 45° varies from 0.41 (Key West) to 0.74 (Seattle).

Rating Exposure Tests. — Comparative ratings of a number of exposure panels

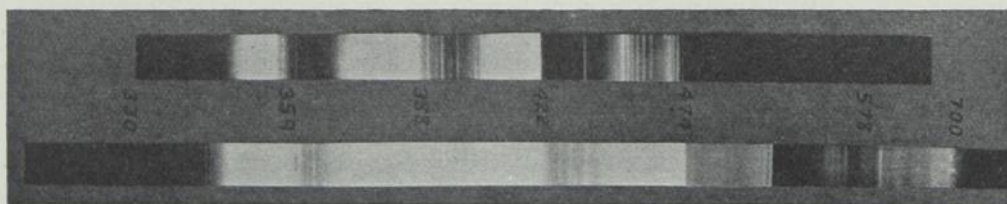


FIG. 6. Spectrum of long flame („violet”) carbon arc with glass globe in place. Taken on panchromatic film in quartz spectrograph. Lower exposure five times the upper. Number between indicates approximate wave-lengths in millimicrons

inspected at the same time is, as has been shown above, very difficult. When all the samples being tested fail in the same manner, as for example with oil varnishes which fail by developing minute characteristic cracks, ratings may be made by noting the time when these characteristic cracks first appear. This is best done by taking the panels indoors and examining them with a microscope (50 to 75 diam. magnification) and is a more reliable method of rating than an attempt to compare a number of panels in various stages of decay. Unfortunately this cracking is not the only form of decay of a protective coating. With many protective coatings one has to fall back on the unreliable opinions of the observers, based on general appearance of the film, estimate of amount of bare wood or rusted steel, etc. Nothing is more needed than some quantitative method of rating exposure panels of steel or wood.

Accelerated Weather Tests. — Light, moisture, temperature changes and varying small accidental additions to normal air are the important causes of decay of paint

¹⁾ Walker. Ind. Eng. Chem., 16, 528 (May, 1924).

and varnish. In selecting a source of light it is advisable to choose one whose average intensity and spectral distribution will remain fairly constant. Also the light should not be rich in short rays that are not found in sunlight. Owing to absorption by the earth's atmosphere, no radiation of wave lengths shorter than 290 m. μ . reaches the earth¹⁾. The quartz tube mercury arc light which has been advocated by Nelson and others²⁾ has therefore been rejected as a light source in our work. We have used 1000-watt incandescent lamps with fair success but much prefer a carbon arc. Fig. 6 shows the spectrum of this arc taken, with the glass globe in position, on a panchromatic film in a quartz spectrograph. The lower exposure is five times the upper; numbers between indicate approximate wave lengths in millimicrons. It is to be noted that while this spectrum shows much radiation in the moderate ultraviolet (350 to 400 m. μ) it shows none of the very short waves not found in sunlight but given by the quartz tube mercury arc. The panels were placed immediately opposite the arc inside a cylinder 76 cm in diameter, 38 cm high, open at both ends and suspended around the lamp with the bottom 5 cm above the edges of a pan placed under the light and cylinder. (It was found that the temperature recorded by a mercury thermometer at the distance of the panels from the light was about 52° C.). Thirty slotted holders for panels three inches (7.5 cm) wide are attached to the inner surface of the open cylinder. A circular perforated tube serves to apply occasionally a light shower of water to the panels while exposed to light. Fig. 7 shows the apparatus with the lamp raised out of the cylinder so as to show more completely its construction, When in use it is lowered so that the arc is at the level of the centre of the test panels. The lamp operates on 220 volt D. C. at 13 amperes. Since the light is of the enclosed type, the carbons can be operated about 34 hours without renewal. The glass globe is carefully cleaned on each renewal of the electrodes. It would probably be better to have the cylinder holding the panels rotate slowly, say one revolution an hour, but we have not done this as by shifting the panels continually in the same direction each time they are placed in the light chamber, practical equalization of average light exposure on the various panels is probably obtained. In addition to light exposure it is advisable to occasionally transfer the panels to another chamber where for several hours they are vigorously sprayed with water. Also the panels may be periodically subjected to the action of controlled gas mixtures. Such a cabinet for exposing to ozonized air is shown in Fig. 8. Air is forced by means of the small motor-driven fan, shown in the lower left corner, through a silica-gel dehydrator, then through a calcium chloride bottle which serves to indicate that the silica-gel is working efficiently, to the ozonizing apparatus and thence to the glass chamber on the right for holding the panels. Some water is placed on the bottom of this glass chamber to moisten the ozonized air. By suitable manipulation of the stopcocks in the pipe line the rate of flow can be determined by the flowmeter shown to the right of the silica-gel holder and samples for determin-

¹⁾ Scientific Paper of the Bureau of Standards No. 539, p. 542.

²⁾ Proc. A.S.T.M. Vol. 22, Part II, p. 485 (1922)

" " " 24, Part II, p. 920 (1924)

" " " 26, Part II, p. 563 (1926)

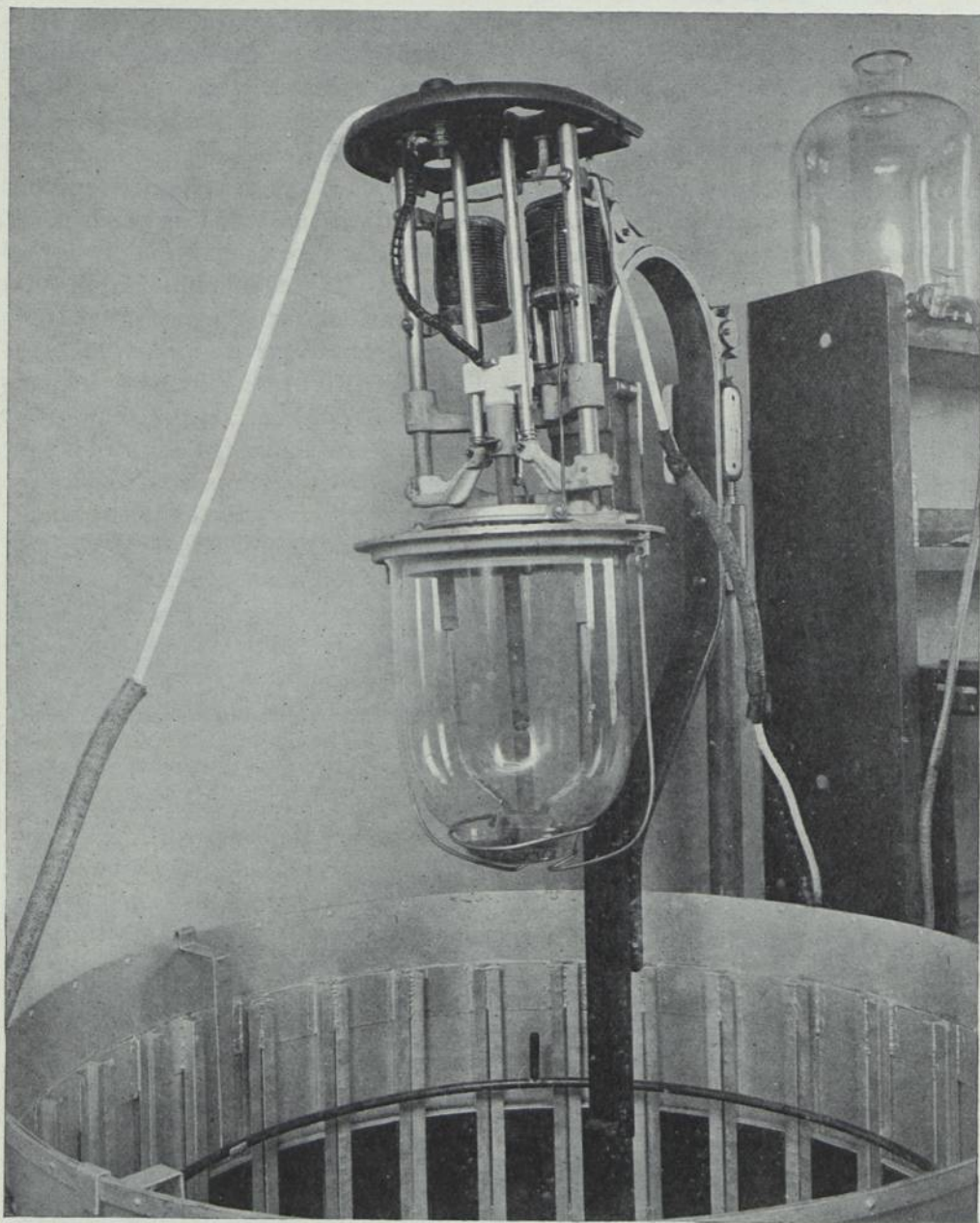


FIG. 7. Carbon arc light and panel holders

ing the ozone concentration can be taken through the pipe projecting toward the front. This equipment delivers about 660 liters per hour of air containing 0.56 liter

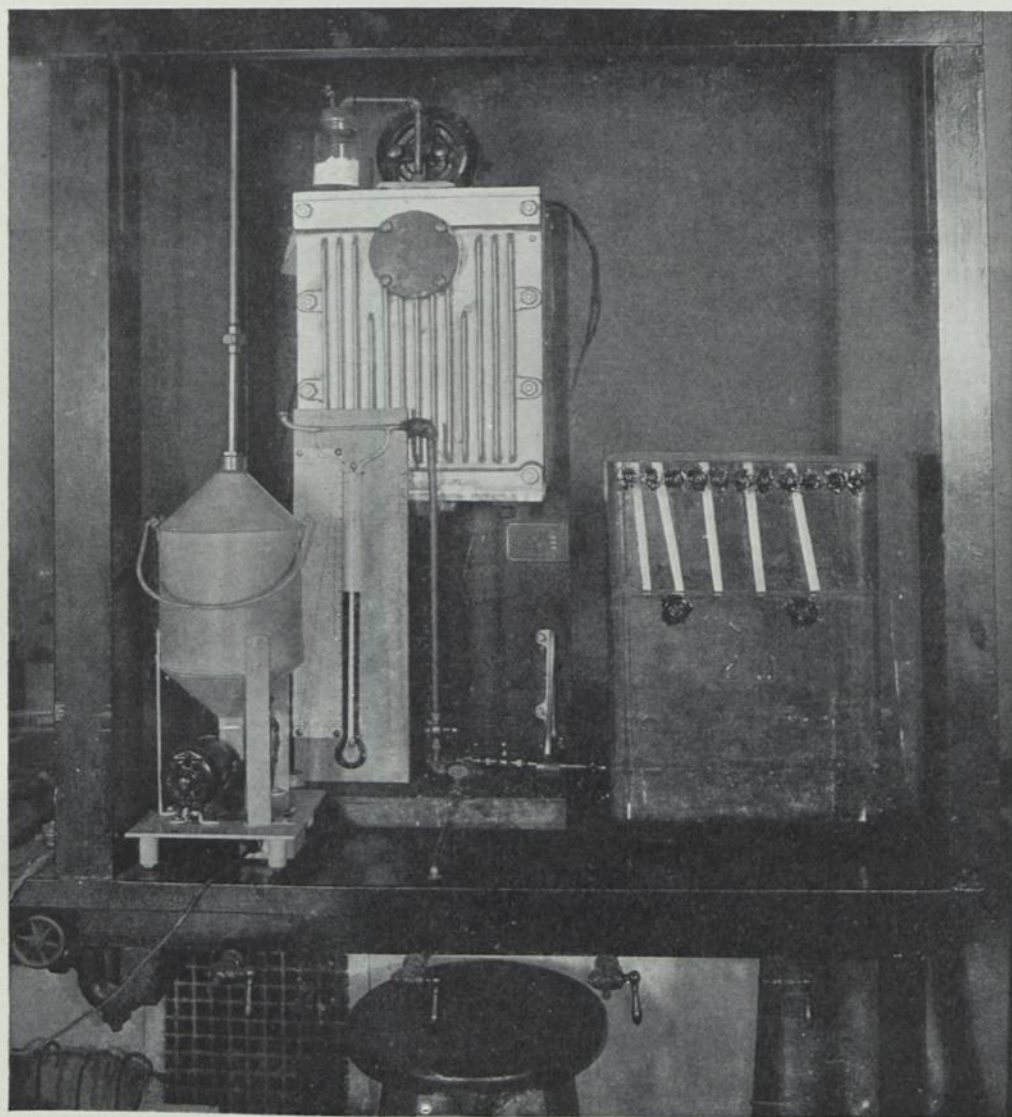


FIG. 8. Cabinet for exposing to ozonized air

of ozone, equivalent to about 0.08 per cent of ozone by volume. Since our working hours are from 9.00 a.m. to 4.30 p.m. six days in the week, we arbitrarily adopted the following seven day program:

Monday	ozonized air	3½ hrs.	9:30 a.m. to 1:00 p.m.
	rain (about 34° C.)	3 hrs.	1:00 to 4:00 p.m.
	light (55° to 60° C.)	17 hrs.	4:00 p.m. Monday to 9:00 a.m. Tuesday
Tuesday	ozonized air	3½ hrs.	9:30 a.m. to 1:00 p.m.
	rain	3 hrs.	1:00 to 4:00 p.m.
	light	17 hrs.	4:00 p.m. to 9:00 a.m. Wednesday
Wednesday	rain	3 hrs.	9:30 a.m. to 12:30 p.m.
	ozonized air	3½ hrs.	12:30 to 4:00 p.m.
	light	17 hrs.	4:00 p.m. to 9:00 a.m. Thursday
Thursday	ozonized air	3½ hrs.	9:30 a.m. to 1:00 p.m.
	light	3 hrs.	1:00 to 4:00 p.m.
	rain	17 hrs.	4:00 p.m. to 9:00 a.m. Friday
Friday	ozonized air	3½ hrs.	9:30 a.m. to 1:00 p.m.
	rain	3 hrs.	1:00 p.m. to 4:00 p.m.
	light	17 hrs.	4:00 p.m. to 9:00 a.m. Saturday.
Saturday and	ozonized air	3½ hrs.	9:30 a.m. to 1:00 p.m.
	rain	3 hrs.	1:00 to 4:00 p.m.
Sunday	light	41 hrs.	4:00 p.m. to 9:00 a.m. Monday.

A half hour period from 9:00 to 9:30 a.m. on each of six days is thus reserved for inspection and we have in the course of a week:

3 hrs for inspection
112 hrs light
21 hrs. ozonized air
32 hrs. rain

This cycle is not designed to reproduce any specific weather condition but as an accelerated test. Before positive opinions as to the general utility of this cycle can be expressed it will be necessary to observe its action on a great variety of coatings. We can only say at this time that we have obtained with it practically all of the common forms of protective coating failures, such as chalking, checking, cracking etc.

The first practical test of this cycle was on seven samples of water-resisting spar varnish received in December, 1926, and examined by the methods of testing spar varnish given in Bureau of Standards Circular 10, 4th. Ed. The results of this examination are shown in table 3. Item 2 in Table 3 is the rating made by the analyst after completing the tests given in item 1 (1 signifying "most durable").

TABLE 3
Tests of Spar Varnish

No.	18027	18028	18029	18030	18031	18032	18033
Appearance	clear	clear	clear	clear	clear	clear	clear
Color	satis- factory	satis- factory	satis- factory	satis- factory	satis- factory	satis- factory	satis- factory
Viscosity (poises) . . .	1.65	0.65	1.65	2.00	1.63	1.40	2.00
Nonvolatile %	46.6	46.2	45.3	44.7	43.5	46.7	46.1
Volatile %	53.4	53.8	54.7	55.3	56.5	53.3	53.9
Sets to touch (hrs.) . . .	2	1	2	2	3	2	2
1. Dries hard (hrs.) . . .	5.5	4.5	5	6	6.5	6.5	5.5
Draft test	unaf- fected	unaf- fected	unaf- fected	unaf- fected	unaf- fected	unaf- fected	unaf- fected
Cold water	do.	do.	prac. unaf- fected	do.	prac. unaf- fected	prac. unaf- fected	do.
Hot water	do.	do.	do.	prac. unaf- fected	do.	do.	do.
Kauri red. (passes) %	90	70	35	75	70	65	75
Kauri red. (fails) %	95	75	40	80	75	70	80
2. Rated 2/2/27 by Analyst	1	5	7	3	4	6	2
3. Accel. test rating 2/28/27	1	6	7	3	4	5	2
4. First cracks on metal	6/3/27 113 days	4/25/27 74 days	5/3/27 82 days	6/16/27 126 days	6/16/27 126 days	5/3/27 82 days	5/9/27 88 days
5. First cracks on wood	6/16/27 126 days	4/25/27 74 days	6/16/27 126 days	6/16/27 126 days	6/16/27 126 days	5/3/27 82 days	5/9/27 88 days
6. Rating on general ap- pearance on metal							
6/17/27 Observer C . . .	3'	6'	3	2	1	5	6
Observer W	2'	7	2''	2	1	2'''	2''''
7. Rating on general ap- pearance on wood							
6/17/27 Observer C . . .	4	6'	3	1'	1	5	6
Observer W	4	6'	1'	1''	1	4'	6

A number of panels on wood and steel were prepared with each of these varnishes. The wood panels received four brush coats with three days drying indoors between coats. The back and edges were then given two coats of aluminum in spar varnish. The steel panels were given two brush coats on both sides and one flow coat on the front. Two of each of these panels were exposed to the weather at 45° to the vertical facing south and two of each turned over to another man for accelerated test on Feb. 12, 1927. No information regarding the other tests was given this man. This was the first test of the above cycle and the panels were all exposed until

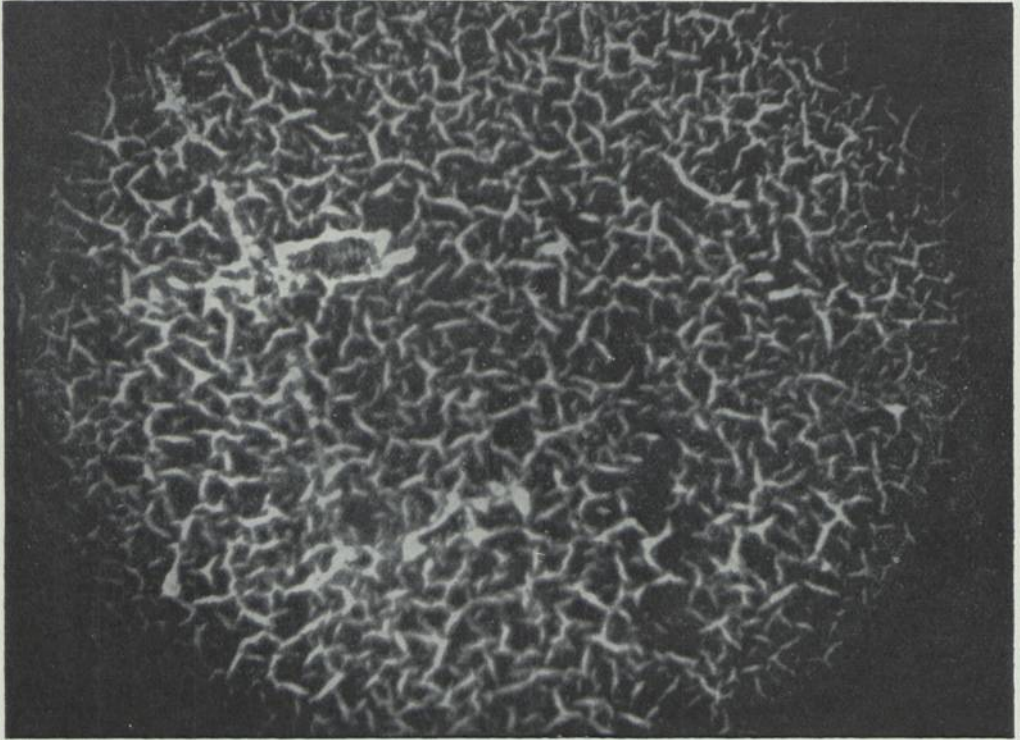


FIG. 9. Photomicrograph of varnish No. 18029 after 16 days accelerated test

evidence of failure (the characteristic cracks making angles of about 120°) was apparent on all but one sample. He then rated them marking No. 1 the panels that showed the smallest amount and No. 7 those showing the greatest amount of such cracks. On Feb. 28, 1927 he rated the samples as shown in item 3 of the table. Fig 9 is a photomicrograph of Lab. No. 18029 after 16 days accelerated test. Note that the film is a mass of cracks. No cracks were found on Lab. No. 18027 and very few (not enough to show in a photograph) were found on Lab. No. 18033.

Frequent inspections were made of the exposed panels. Items 4 and 5 of Table 3 show the date and number of days of exposure before first cracks were detected on

metal and wood respectively. No inspection was made between June 3 and June 16, hence it is not known just when the panels marked June 16, 1927 (126 days) actually cracked — it is only known that the cracking commenced between the 113th and the 126th day.

Items 6 and 7 of the table give the ratings of June 17, 1927 of two observers on the general appearance of the metal and wood panels respectively. When the same number is given for several samples by an observer it means that he had serious doubts as to whether there was any material difference in the panels, but he attempted to indicate such slight differences by prime marks. For example, observer W in rating the metal panels considered No. 18031 the best, No. 18028 the worst and little difference between the others, but if forced to make a difference he would put No. 18030 the second best of the whole series and No. 18033 next to the poorest.

These two observers had been closely associated in testing such materials for several years and naturally agree better than equally experienced observers who had been working in different laboratories.

Determining End Point of Failure. — It is evident that this system of indoor examination of small panels has the disadvantage that was pointed out above when attention was called to the wide divergence of opinion of different observers on outdoor inspection of large panels. It is therefore suggested that, in addition to tests on the kind of material on which the coating material is to be used, tests be made on fine wire gauze, that periodically the permeability to moisture or to air be determined, and that the end point of the life of the film be taken as the time when the permeability is some multiple of the permeability of the freshly coated wire gauze. Paint and varnish can be applied to No. 100 wire sieve cloth. (The openings are 0.149 mm, wire diameter 0.102 mm, and area of open space about 35 per cent of total area.) The permeability to moisture of fresh paint and varnish films varies, depending upon the nature of the material. Low initial permeability is found in many coatings that break down very readily. One should therefore disregard initial differences but should note the time at which the permeability has greatly increased, indicating the breakdown of the film. Our first experiment with this attempt to get a quantitative end point was made by applying three coats of eight materials to No. 100 sieves $3\frac{3}{4}$ inches (95 mm) in diameter (71.26 sq. cm area). After drying indoors the coated sieves were fastened with rubber bands to glass dishes containing calcium chloride, weighed, exposed to air saturated with water for 20 hours and after conditioning for one hour at 30° C. and 32 per cent humidity weighed again. The coated sieves were then removed from the calcium chloride dishes, exposed to the weather at 45° to the vertical facing south for a week and again treated as above. This was repeated for a period of 22 weeks. The coating materials were a white lead-linseed oil paint and a lead-zinc-linseed oil paint, three varnishes, 8, 30 and 50 gallon respectively ¹⁾, and three aluminum paints made by mixing polished metallic aluminum pigment with each of these varnishes.

Table 4 shows the initial water absorbed and the water absorbed after varying periods of exposure through these coatings.

¹⁾ An 8-gallon varnish is one in which 8 U. S. gallons of oil is used with each 100 pounds of resin.

TABLE 4
Permeability to Moisture

Material	Water absorbed by calcium chloride through coatings (grams)							
	Before exposure	After 4 weeks	After 8 weeks	After 9 weeks	After 12 weeks	After 14 weeks	After 19 weeks	After 22 weeks
8-gal. varnish . . .	0.024	0.048	0.119	1.143	2.267	Discontinued		
30-gal. varnish . . .	0.033	0.029	0.032	0.029	0.038	0.047	0.066	0.102
50-gal. varnish . . .	0.054	0.049	0.057	0.052	0.060	0.051	0.067	0.095
8-gal. varnish + A1	0.011	0.014	0.016	0.028	0.028	0.037	0.060	0.096
30-gal. varnish + A1	0.016	0.012	0.017	0.028	0.026	0.031	0.044	0.071
50-gal. varnish + A1	0.024	0.020	0.029	0.030	0.037	0.031	0.039	0.061
White lead paint . .	0.074	0.057	0.064	0.052	0.072	0.059	0.065	0.095
Lead-zinc paint . .	0.074	0.059	0.054	0.047	0.054	0.052	0.055	0.085

The 8-gallon varnish showed indications of failure at the 4 and 8 week periods and had clearly failed before the 9th week. Further exposure will be necessary be-

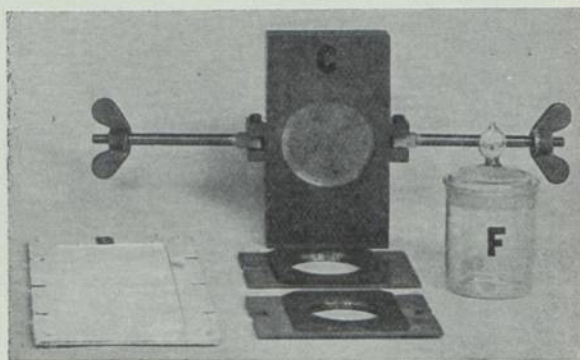
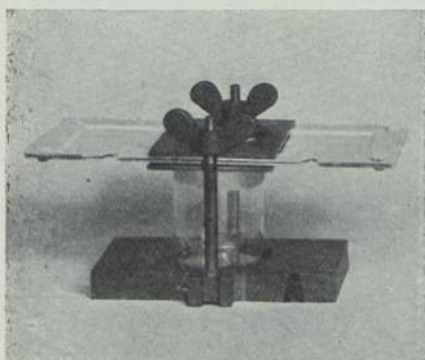


FIG. 10. Apparatus for determining the end point of film failure

- A — Assembled apparatus for permeability test. B — Painted wire gauze and frame.
C — Clamp and gaskets. F — Weighing bottle for calcium chloride.

fore positive opinions can be formed of the other coatings, but the gains after 19 and 22 weeks indicate some failure in all of them with the possible exception of the two linseed oil paints.

In order to use this method of determining the end point we have constructed the apparatus shown in Fig. 10.

The area exposed to saturated air is much smaller and the depth of the calcium chloride tube greater in this apparatus than with the sieves used in the weather test mentioned above. Hence we will get even smaller gains in weight. On exposure to saturated air at 25° C. for 20 hours the uncovered calcium chloride tube gained

about four grams in weight, while a tube covered with one of the No. 100 sieve frames gained only about 0.5 gram. This shows that the fine wire mesh impedes diffusion and demonstrates that blank tests must be run with the sieve cloth over the calcium chloride tube. Table 5 shows the results obtained with the apparatus shown in Fig. 10 and the accelerated cycle described above.

TABLE 5
Permeability to Moisture — Accelerated Cycle

Material	Water absorbed by calcium chloride through coatings (grams)			
	Before exposure	After exposure to accelerated cycle		
		41 days	48 days	55 days
White lead-linseed oil	0.03	0.06	0.07	0.08
paint	0.03	0.06	0.09	0.06
Lithopone-linseed oil	0.03	0.12	0.20	0.41
paint	0.03	0.11	0.25	0.48

It is evident that the lithopone paint began to fail in about 40 days and had completely failed within 55 days.

The time required for this water absorption method of determining the permeability is excessive. We are therefore working on apparatus for determining resistance to the passage of air under moderate pressure, which it is hoped will be equally satisfactory and require much less time.

The writer gratefully acknowledges the cordial and able assistance of E. F. Hickson, Associate Chemist, in this work.

DISCUSSION

Mr. VAN EWYJK, engineer, Amsterdam

Exposure-tests to cold and warm water how were these taken? Measuring permeability of film of spar varnish by putting this on gauze seems to introduce a further physical property, that must be determined.

Mr. WALKER

The cold and hot water tests mentioned are these, described in the U. S. Gov. Specification for Spar Varnish (See B. S. Circ. 103) and are qualitative tests. Briefly the varnish is flowed on tin plate, dried for a specified time, and then immersed in distilled water, 18 hours for the cold water test, and $\frac{1}{2}$ hour for the hot water test. The varnish should not turn white.

Dr. WOLFF, Amsterdam

I should like to ask, if the weight of the film is measured. It seems to me, that it makes some difference, if you do your test with a thick or a thin film.

Mr. WALKER

In the accelerated test the painted wire gauze panel is not weighed, but the CaCl_2 tube is removed from the panel, quickly stoppered and weighed. We thus weigh only the water, that passes through the paint film, not that, retained by it.

Dr. BLOM, Zürich

I should like to ask mr. Walker, if he has studied the differences of permeability of fresh white lead films and altered, containing lead soap.

Mr. WALKER

A film will first decrease in permeability, but in this test we are not interested in such small changes in permeability, but are interested in determining the time, when the permeability greatly increases, indicating breakdown of the film.

NOTE SUR LA PROTECTION, CONTRE LES FUMÉES DE LOCOMOTIVES, DES OUVRAGES MÉTALLIQUES OU EN BÉTON ARMÉ

par

M. SURLEAU

Chef Adjoint du Service de la Voie et des Bâtiments des Chemins de fer de l'État Français¹⁾

EXPOSÉ

L'action nuisible des fumées de locomotives sur les ouvrages qui y sont fréquemment exposés (ponts métalliques ou en béton armé, potences de signaux, halles métalliques ou en béton armé, hottes à fumée, maçonneries des tunnels, rails et tirefonds placés sous les tunnels, etc..) a conduit les Réseaux de Chemin de fer à mettre à l'essai divers systèmes de protection des ouvrages contre cette action.

La présente note a pour objet d'indiquer les effets des fumées sur les ouvrages qui y sont les plus exposés, d'en rechercher les causes, enfin d'indiquer les remèdes qu'ont tenté d'apporter aux actions destructrices des fumées les différents Réseaux de chemin de fer français.

Dans cette dernière partie de notre étude, nous ne passerons pas sous silence les essais qui n'ont pas, ou n'ont que partiellement réussi, pour éviter, le cas échéant, de nouveaux essais inutiles.

I. EFFETS DES FUMÉES

1°. *Ouvrages métalliques*

C'est sur les ouvrages métalliques que l'action corrosive des fumées se fait le plus vivement sentir.


A ce point de vue on peut classer ces ouvrages en deux catégories:

a. Ouvrages très exposés: ponts placés aux abords des gares, au droit des points de stationnement ou d'arrêt des machines, ou sur les sections de ligne comportant de fortes rampes; ponts de grande largeur et à faible tirant d'air; hottes à fumée; halles de dépôt de locomotives.

¹⁾ Les documents qui ont été utilisés pour la rédaction de cette note ont été rassemblés par M. Pierre Levy, Chef du Service de la Voie et des Bâtiments des Chemins de fer de l'Etat.

b. Ouvrages peu exposés: ponts par-dessus n'entrant pas dans les catégories précédentes; potences et passerelles de signaux; halles des gares voyageurs ou marchandises normalement aérées; rails et tirefonds sous les tunnels.

Sous l'action des fumées, les ouvrages de la catégorie *a.* non soumis à une protection spéciale sont l'objet de graves dégradations, pouvant aller jusqu' à la destruction des ouvrages.

Dans cet ordre d'idées, nous citerons sur le Réseau de l'Etat le cas d'un pont de grande largeur, situé au débouché d'une gare très importante; certaines pièces du tablier de cet ouvrage, qui date de 1866, ont aujourd'hui leur section réduite de plus de 75 %; des barres de treillis des poutres principales ont des fers à  réduits à l'état de simples fers plats. La reconstruction de cet ouvrage sera prochainement réalisée et son tablier fera l'objet de mesures de protection spéciales.

Les ouvrages de la catégorie *b.* présentent par rapport aux ouvrages non exposés aux fumées une réduction marquée de la durée des peintures et parfois des commencements de corrosion. D'une façon générale, on remarque que les pièces les plus attaquées sont celles qui sont le moins inclinées et de faible section.

2°. *Ouvrages en béton armé*

L'action des fumées sur les ouvrages en béton armé est beaucoup moins vive que sur les ouvrages métalliques. Cette action a été surtout constatée sur les ouvrages entrant dans la catégorie *a.* indiquée ci-dessus pour les ouvrages métalliques.

Les désordres constatés consistent dans la fissuration et l'éclatement du béton enrobant les armatures, l'oxydation de celles-ci et, dans certains cas, l'attaque directe du ciment.

A titre d'exemple, nous citerons la destruction d'une coulotte à fumée et de cheminées en béton armé survenue au dépôt des Batignolles (réseau de l'Etat), des détériorations graves constatées à une estacade du parc à combustibles de ce même dépôt et à des hottes à fumée sur divers Réseaux, des dégradations de halles de dépôt, de ponts par-dessus (en particulier d'un pont de 40m sur le chemin de fer de Ceinture, à La Chapelle).

3°. *Maçonneries des tunnels*

L'action des fumées sur les maçonneries des tunnels semble dépendre de conditions très complexes. Elle dépend évidemment de la stagnation plus ou moins grande des fumées, conditionnée elle-même par le tracé, le profil et la longueur du tunnel, l'orientation de ses têtes, la plus ou moins grande intensité et la nature de la circulation qui l'emprunte, etc... Elle dépend en outre de l'humidité qui règne dans le tunnel, des suintements ou écoulements d'eau, etc... Elle dépend enfin des matériaux entrant dans la constitution du souterrain (moëllons siliceux ou calcaires, briques, chaux, ciment, etc...). Néanmoins les actions constatées sont parfois très variables pour des tunnels semblant par ailleurs être assez comparables; peut-être la qualité des combustibles employés par les locomotives joue-t-elle en la circonstance un rôle prépondérant.

Comme exemple d'attaques, nous citerons le tunnel de Montrouge, sur le Réseau du chemin de fer de Ceinture.

Les joints en mortier de ciment, exécutés en 1886—1887, étaient décomposés en 1904 sur une profondeur de 0_m10 environ; la nature géologique des terrains dans lesquels est construit ce tunnel ((calcaire grossier) exclut d'ailleurs la possibilité d'action d'eau sulfatée.

Un autre exemple d'attaque est celui du tunnel de Nétreville (Réseau de l'Etat). Ce tunnel particulièrement exposé aux fumées et mal aéré, a été construit en briques rejointoyées au mortier de chaux. Il est peu humide et à l'abri des eaux séléniteuses. L'action des fumées a provoqué une dégradation des briques sur 0_m05 environ d'épaisseur et la décomposition du mortier des joints sur une profondeur de 0_m10 environ.

En 1924, on procéda au repiquage des parties détériorées de la voûte et au décapage des joints dégradés; on refit ces joints au mortier de ciment et on appliqua sur une longueur importante de l'intrados du tunnel un enduit général de mortier de ciment de 3cm d'épaisseur. Le ciment employé était le ciment fondu, avec, à titre de comparaison, une application restreinte de ciment Portland. En août 1927, l'enduit au mortier de ciment de Portland a presque complètement disparu; après avoir pris une consistance pâteuse, il est tombé sur la voie. Par contre, l'enduit au mortier de ciment fondu est resté intact; néanmoins, on a constaté que la surface de cet enduit devient pulvérulente et d'aspect blanchâtre sur une épaisseur atteignant 2_m/m environ, dénotant un commencement d'attaque du ciment.

4°. *Rails et tirefonds sous les tunnels*

Les rails et tirefonds placés sous les tunnels s'oxydent plus rapidement qu'à l'extérieur en raison de l'atmosphère humide qui y règne généralement. Il semble que l'action des fumées vienne accélérer encore cette oxydation, mais cette action étant masquée par la première son observation est difficile.

Certains Réseaux qui exploitent des tunnels à circulation à vapeur et d'autres à circulation exclusivement électrique ne constatent pas de différence sensible dans l'oxydation des rails et tirefonds placés sous ces tunnels.

En ce qui nous concerne, nous avons constaté des oxydations plus rapides du matériel de voie sous les tunnels les plus exposés aux fumées.

II. ÉTUDE DES CAUSES DÉTERMINANT LES DÉGRADATIONS PRODUITES PAR LES FUMÉES

1°. *Ouvrages métalliques*

a. *action chimique.* — Les fumées de locomotives renferment en proportion variable de l'anhydride sulfureux; ce gaz, au contact de l'air humide, se transforme en anhydride sulfurique, puis en acide sulfurique. Cette transformation est facilitée par la présence de la suie qui intervient à la fois par son état de division et son humidité et entretient au contact du métal un milieu humide acidulé. Il en résulte une attaque des peintures et une corrosion des fers qui se superpose à la corrosion habituelle provoquée par l'action de l'acide carborique et de l'oxygène de l'air. La

stagnation des fumées favorise considérablement cette action chimique des fumées sur le métal.

b. action physique. — La température élevée des fumées de locomotive peut produire des variations brusques de température sur les parties des ouvrages qui sont peu éloignées des cheminées; il en résulte un décollement des peintures qui permet ensuite l'oxydation du métal.

c. action mécanique. — Les jets de vapeur qui accompagnent souvent les fumées provoquent également la destruction des peintures par leur action mécanique.

2°. *Ouvrages en béton armé*

a. action physique. — Cette action, d'ordre calorifique, est due à la température élevée des fumées. Elle produit: une désagrégation des parties du béton directement exposées aux fumées s'échappant des cheminées, soit par l'effet direct de la température élevée si celle-ci se maintient assez longtemps, soit par l'effet des variations brusques de température auxquelles est soumis le béton;

un décollement des armatures les plus rapprochées de la paroi, en raison de la différence de la température moyenne des armatures et du béton résultant de la différence des coefficients de conductibilité de ces deux corps.

b. actions mécaniques. — Ces actions sont produites par la projection violente de la vapeur sur la paroi du béton, accompagnée parfois de la projection de particules charbonneuses agissant à la façon d'un jet de sable.

Elles paraissent être de peu d'importance comparées aux actions physiques et chimiques.

c. actions chimiques. — Ces actions sont de deux sortes:

1°. *sur les armatures:* Les dépôts de suie, facilités par la surface rugueuse du béton, entretiennent l'humidité et favorisent la formation de l'acide sulfurique suivant le processus rappelé ci-dessus.

L'action de l'humidité et de l'acide sulfurique se fait sentir sur les armatures par les fissures et les vides de fabrication existant dans le béton d'enrobement et par les fissures ou perforations provoquées par les actions physiques ou mécaniques ci-dessus décrites. La formation des fissures et vides de fabrication est facilitée par le fait que ce sont précisément les faces tendues des hourdis qui sont les plus exposées aux fumées et que la distance des armatures aux faces tendues est souvent trop faible pour permettre un enrobage correct des armatures.

Les armatures, en s'oxydant, augmentent de volume et provoquent l'éclatement du béton.

2°. *sur le ciment:* L'attaque directe du ciment par les fumées n'a pas fait jusqu'ici l'objet d'observations concordantes sur les Réseaux de chemin de fer français; certains même la considèrent comme négligeable et attribuent les dégradations causées aux ouvrages en béton armé aux seules actions physiques ou à l'action chimique des fumées sur les armatures.

Cependant certaines observations ne peuvent guère laisser de doutes sur la réalité de l'action chimique des fumées sur le ciment.

A ce sujet, nous indiquerons qu'il résulte de renseignements fournis par la

Société des Ciments de Lafarge et du Teil que tous les ciments sont attaqués au laboratoire, plus ou moins rapidement, par l'anhydride sulfurique en atmosphère humide.

Cette même Société nous a signalé la destruction rapide de tuyaux en mortier de ciment de Portland dans lesquels circulaient des eaux sulfureuses et d'enduits au même mortier dans des chambres de soufrage de laines.

D'autre part, nous rappellerons les indications données ci-dessus concernant le tunnel de Nétreville.

A quoi peut-être due cette action chimique des fumées sur le ciment ?

Sans trop nous avancer sur ce terrain où les études sont encore incomplètes, nous rappellerons que la présence de la suie favorise la transformation de l'anhydride sulfurique en acide sulfurique à la surface du mortier ; de même la rugosité et la porosité des mortiers facilitent cette transformation dans la partie voisine de la surface.

On est ainsi amené à étudier l'action de l'eau chargée d'acide sulfurique sur les ciments. Avant de rechercher le mécanisme de cette action, nous rappellerons succinctement que les liants hydrauliques doivent leurs propriétés à un phénomène de cristallisation d'une solution sursaturée instable. La composition des cristaux dépend de la nature du liant, mais il y a lieu de remarquer que, des trois grandes classes de ciment — ciment Portland, ciment siliceux et ciment à la bauxite ou ciment fondu — seul le ciment Portland donne naissance à des cristaux contenant de l'hydrate de chaux libre.

C'est à la présence de cette chaux libre qu'on attribue le peu de résistance de ce ciment à l'action de l'eau de mer et de l'eau distillée ; c'est sans doute également à cette présence qu'il faut attribuer la destruction rapide du ciment de Portland par les eaux chargées de sulfate de chaux : il se forme alors du sulfo-aluminate de chaux ou sel de Candlot qui précipite la décomposition du ciment.

Il est à présumer que l'action des fumées sur le ciment de Portland correspond à un phénomène analogue : l'eau chargée d'acide sulfurique attaquerait l'hydrate de chaux pour donner du sulfate de chaux et le processus de la décomposition serait dès lors le même que celui de la décomposition par les eaux sulfatées. Cette hypothèse cadre avec le fait que les ciments qui résistent le mieux à l'action des eaux sulfatées — ciments siliceux, ciments fondus — sont également ceux qui résistent le mieux à l'action des fumées. Ce sont donc ces ciments qui seront employés de préférence pour les ouvrages particulièrement exposés aux fumées.

On retiendra, d'autre part, que la porosité et la rugosité des mortiers et bétons facilitent l'attaque des fumées.

3°. *Maçonneries des tunnels*

Les mortiers de ciment employés à la confection de la maçonnerie des tunnels sont soumis à des décompositions de même nature que ceux qui entrent dans la confection du béton armé. Les mortiers de chaux grasse ou hydrauliques sont soumis à des décompositions encore plus rapides.

Les briques et les moëllons calcaires sont parfois soumis eux-mêmes à des attaques ; ici encore la porosité et la rugosité des matériaux interviennent pour accentuer le phénomène.

III. REMÈDES EMPLOYÉS POUR LA PROTECTION DES OUVRAGES

1°. PONTS MÉTALLIQUES

a. Ouvrages très exposés. — *Enrobement en béton armé.* — Ce procédé a été employé sur divers Réseaux français (Etat, Nord, Est). Il consiste à protéger les parties inférieures des tabliers par un enrobement de béton légèrement armé. Nous avons vu que le béton armé est lui aussi susceptible d'être attaqué par les fumées; du moins l'est-il moins que le métal et un enrobement peut-il être refait de temps à autre.

En général, pour faciliter l'exécution, la protection de la partie inférieure des semelles est réalisée par des augets en ciment armé, confectionnés d'avance; des armatures dépassent de ces augets et sont noyées dans le béton exécuté sur place pour protéger les autres parties du tablier (voir croquis N° 1 ci-après).

Les dispositifs de cette nature ont donné en général des résultats satisfaisants; toutefois, des décollements et des ruptures se sont produits lorsqu'on a employé pour la fixation des augets de simples feuillards (pont de l'Europe, Réseau de l'Etat).

Avec des fixations en fer rond (qui, à égalité de surface transversale présentent un développement superficiel minimum, ce qui diminue les risques d'oxydation) ce type de revêtement a donné de meilleurs résultats sur cet ouvrage, mais avec, néanmoins, des tendances à la fissuration au-dessus des voies en raison sans doute des variations brusques de température dues à la faible distance des cheminées de locomotives.

Le Réseau du Nord, qui a fait des applications de cette nature à Paris depuis 1901 (Pont St. Ange) et 1904, (Pont Marcadet) n'a constaté aucune détérioration des revêtements ni aucune oxydation aux poutres qu'ils doivent protéger.

Protection par application de cement-gun. — Les Chemins de fer de Ceinture ont fait des essais de revêtement de tabliers métalliques au cement-gun („Le Ciment" No. d'août 1926, Revêtement de poutres métalliques au moyen du cement-gun, par M. Thellier de la Neuville, Ingénieur de la Voie des Chemins de fer de Ceinture) Ces essais ont été effectués au pont Malesherbes et au pont d'Aubervilliers.

Les constatations faites ont été les suivantes:

1°. Le mortier d'enrobement n'a pas tenu sans grillage sous les semelles des poutres;

2°. L'enduit projeté sur un grillage n'a pas adhéré aux semelles des poutres, mais il a constitué une protection efficace contre l'action des fumées;

3°. La conservation de l'enduit sur les parties verticales du tablier se fait mieux avec emploi de grillage.

Le croquis No. 2 ci-après indique le procédé employé pour la fixation du grillage, qui était un simple grillage de poulailler.

L'appareil est utilisé d'abord pour le décapage au jet de sable.

L'emploi du cement-gun se fait mal pour certaines parties du tablier (face

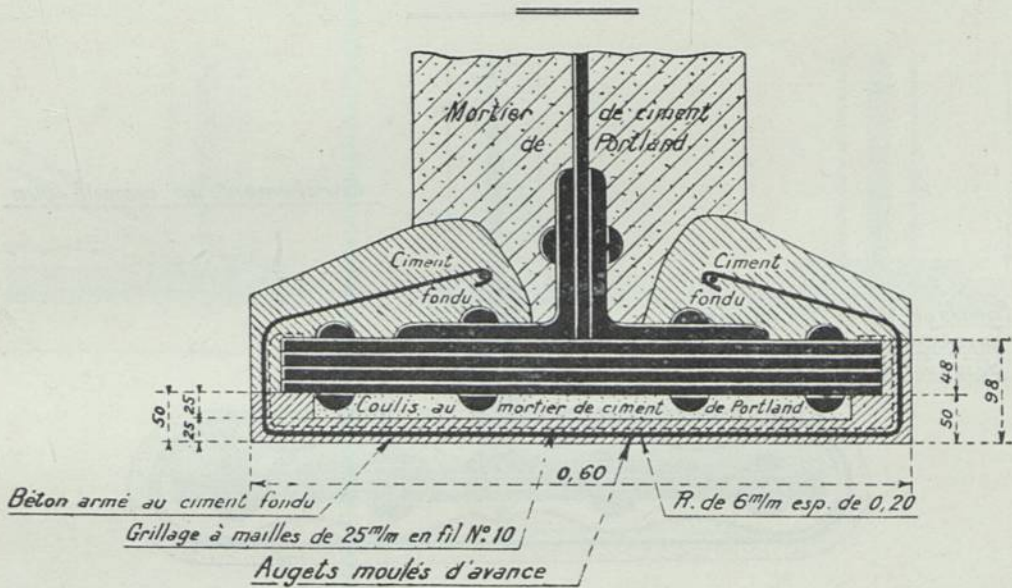
supérieure des semelles par exemple) et, dans ces parties, l'enduit appliqué à la main doit remplacer le ciment projeté par l'appareil.

Depuis 1920, l'essai a donné satisfaction et l'expérimentateur estime que cette protection durera une vingtaine d'années.

Protection par plancher continu de béton armé, de céramique ou de bois. — Lorsqu'on a affaire à un ouvrage de grande largeur particulièrement exposé aux fumées, on peut avantageusement le protéger par un plancher continu horizontal

CROQUIS N° 1

Enrobement de parties inférieures de poutres métalliques avec augets confectionnés d'avance



qui supprime les alvéoles formées par le quadrillage des poutres, entretoises et longrines et évite la stagnation de la fumée.

Le croquis No. 3 ci-après indique une application de cette nature envisagée sur le Réseau de l'Etat. Elle comporte une dalle en béton armé au niveau des semelles inférieures des poutres, protégée par un lit de briques plates "Poyet" fixées comme l'indique le dessin. Au cas où le plancher se trouverait mis hors de service, il n'en résulterait pas d'inconvénient grave, ce plancher ne participant pas à la résistance de l'ensemble de l'ouvrage et sa réfection pouvant être effectuée sans de grandes difficultés.

Au lieu d'un plancher en briques fixées à un dallage en béton armé, on peut se borner au dallage en béton armé, confectionné avec du ciment résistant, ou en-

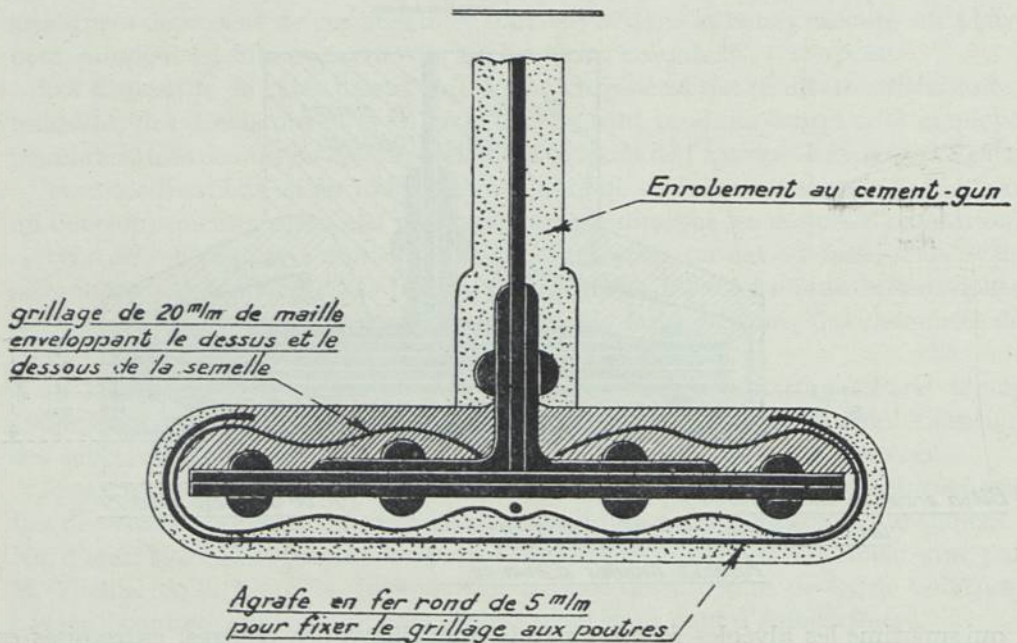
visager un plancher en briques spéciales (du type Volterrane par exemple) arc-boutées sur les poutres sans interposition de béton armé. Nous n'avons pas connaissance d'applications de cette nature sur des ponts métalliques.

On peut également employer un plancher en bois; une application de ce procédé a été faite en 1922 au hall des messageries de la gare St. Lazare; ce plancher est encore aujourd'hui en bon état et a protégé efficacement la peinture appliquée sur les poutres métalliques.

Protection par métallisation (Procédé Schoop). — Ce procédé consiste à diriger

CROQUIS N° 2

*Enrobement au ciment-gun
de parties inférieures de poutres métalliques*



sur les fers à protéger un jet de vapeurs métalliques. Deux essais ont été exécutés sur le pont de l'Europe en 1923 (Réseau de l'Etat) l'un de 5/100 de zinc sur 1/10 d'aluminium; l'autre de 1/10 de plomb sur 5/100 de zinc.

Un an après l'application, ce revêtement ne présentait plus d'adhérence sensible avec les fers.

Le réseau du Midi a essayé de métalliser des plaques de protection contre les fumées; l'aluminium a été rapidement détruit, le plomb a mieux résisté, mais l'expérience n'a pas été jugée concluante.

Emploi de l'acier au cuivre. — On a introduit récemment sur le marché fran

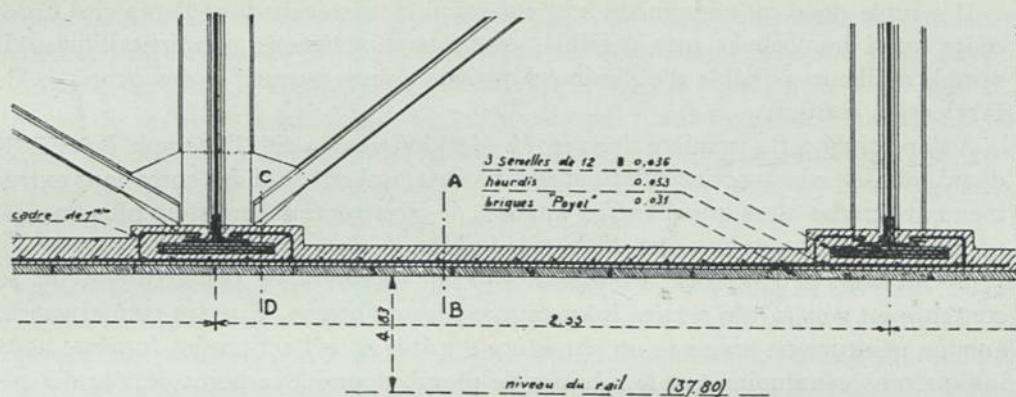
çais un nouvel acier, dit acier au cuivre, déjà employé depuis quelques années en Amérique pour ses qualités peu oxydables. La teneur en cuivre de cet alliage

CROQUIS N° 3

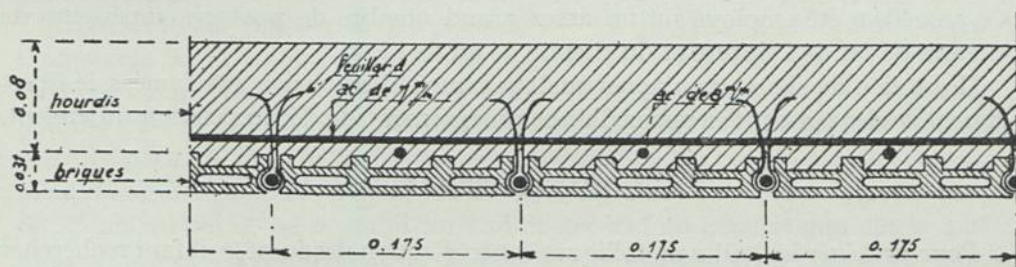
Protection de pont métallique
par plancher général
de béton armé et céramique

Disposition générale du plancher

Échelle : 0,05 p.m.



Coupe suivant A.B.



est de 0,20 à 0,25 % ce qui, sans modifier sensiblement les qualités mécaniques de l'acier, lui donne une résistance beaucoup plus grande aux attaques chimiques.

Aucune application de cet acier au cuivre n'a été faite, à notre connaissance, en

ce qui concerne sa résistance à l'action des fumées. Il serait très désirable que cet essai fût entrepris.

Emploi d'acier homogène. — Il résulte de renseignements qui nous ont été donnés par M. Merklen, Ingénieur en Chef honoraire des Chemins de fer d'Alsace et de Lorraine, qu'une plus grande résistance des aciers à l'action chimique des fumées pourrait être avantageusement recherchée dans l'emploi d'acier homogène.

L'étude des corrosions des fers et aciers a été faite par Osmont et Frémont, qui ont publié en octobre 1905 une note sur les sillons de corrosion dans les tôles des chaudières à vapeur. Il résulte de cette étude que les corrosions sont dues à un défaut d'homogénéité du métal; les inclusions non métalliques (sulfures ou phosphures de manganèse, oxydes, matières scoriacées) sont plus ou moins attaquables que le métal: dans ce dernier cas, elles forment avec le métal d'alentour de petites piles qui accentuent l'attaque de ce dernier. Les essais de corrosion des métaux ne sont d'ailleurs autre chose qu'une attaque des impuretés contenues dans le métal.

Il semble donc qu'un remède à la corrosion consisterait dans l'emploi de produits aussi homogènes que possible, exempts d'inclusions non métalliques. Il semble d'ailleurs possible d'obtenir ces produits sans recourir à des procédés de fabrication coûteux.

A l'appui de cette manière de voir, M. Merklen nous a cité l'exemple de châssis de wagons, de construction relativement récente, qui ont subi des corrosions extrêmement rapides alors que d'autres wagons, de construction beaucoup plus ancienne, ne présentent que des corrosions très faibles.

b. Ouvrages peu exposés. Peintures. — Pour les ouvrages peu exposés, on se contente en général de refaire fréquemment les peintures. A notre connaissance, aucune peinture ne présente un caractère durable sous l'action des fumées; nous indiquerons néanmoins que le minium de plomb donne à ce point de vue des résultats supérieurs au minium de fer.

Il est désirable de brosser de temps en temps les parties où se dépose la suie, la corrosion des fers y étant particulièrement active.

Parafumées. — Lorsque les peintures doivent être refaites trop souvent, on peut protéger les parties les plus exposées par des parafumées en bois ou en fibro-ciment. Ce procédé a été employé sur un assez grand nombre de passages supérieurs du chemin de fer de Ceinture et du chemin de fer de l'Est.

Il y a lieu de signaler qu'après quelque temps d'exposition aux fumées, le fibro-ciment devient cassant en raison d'un commencement de décomposition du ciment.

2°. HALLES MÉTALLIQUES

Pour protéger les halles métalliques contre l'action des fumées, il faut rechercher avant tout une aération aussi complète que possible de ces halles; pour cela, à défaut de larges lanterneaux, on peut, lors d'une révision des verrières, laisser un vide continu au faite des halles dans les parties situées au-dessus des voies. On peut également supprimer avantageusement les verrières des pignons.

D'autre part, on procèdera à une révision fréquente des fermes, particulièrement des attaches; on brossera les parties où se dépose la suie, on refera les peintures aussi fréquemment que ce sera nécessaire.

Les attaches des couvertures seront en cuivre et non en fer galvanisé.

Il est recommandé de ne pas donner aux fers employés dans les halles métalliques des sections trop réduites: l'épaisseur des éléments les plus faibles ne devra pas descendre au-dessous de 7 m/m .

3°. OUVRAGES EN BÉTON ARMÉ

a. Ouvrages très exposés. — Protection par vouôtains en briques fort cuites. — Ce système a été employé sur le Réseau de l'Etat pour protéger une partie de l'estacade du parc à combustibles du dépôt de Batignolles. Il a donné de bons résultats, mais il a l'inconvénient de surcharger fortement l'ouvrage.

Revêtement par enduit comprimé en ciment. — Cet essai comportait la confection d'un enduit au mortier de ciment, de $2\text{c/m } 1/2$ d'épaisseur moyenne, dont l'application était faite au moyen d'un jet de vapeur sous la pression de 4 à 5 kgs. Il a donné de mauvais résultats en raison du manque d'adhérence de l'enduit. L'essai avait été fait avec du ciment Portland, du ciment fondu et du ciment siliceux.

Cas des ponts à poutrelles enrobées: revêtement en céramique, bois, ou enduit au ciment fondu.

Plusieurs tranchées couvertes comportant des tabliers à poutrelles enrobées, ont reçu, sur le Réseau de l'Etat, des revêtements en céramique (briques Poyet, Lambert, Cancalon) ou des revêtements en bois. Ces revêtements ont donné en général des résultats satisfaisants. Pour le bois, les meilleurs résultats ont été obtenus avec des frises de chêne de $0\text{m}025$ d'épaisseur, assemblées à rainures et languettes, posées longitudinalement sur tasseaux transversaux espacés de $0\text{m}70$ d'axe en axe avec remplissage au mortier de ciment du vide laissé entre les frises et l'ouvrage.

On a également employé avec succès un revêtement constitué par un enduit au ciment fondu.

Revêtement par plaques de fibro-ciment. — Ce procédé a été employé par la Compagnie du P. L. M. à un ouvrage qui avait été détérioré par les fumées. Cet ouvrage comportait des poutres de grande hauteur, avec hourdis supérieur et hourdis inférieur; ce dernier hourdis ayant été dégradé, on l'a repiqué soigneusement et nettoyé, puis les armatures ont été mises à nu par un jet de sable; on a alors muni les armatures de pointes de 4 m/m soudées à l'arc électrique, au nombre de 25 au mètre, et on a établi un enduit général au cement-gun sur la surface ainsi préparée. Un revêtement de plaques de fibro-ciment fixées par des boulons de bronze complète le système de protection.

Protection par planchers continus en béton armé. — La Compagnie du P. L. M. a établi sous un passage supérieur dégradé par les fumées un plancher continu en béton armé fixé aux poutres, avec dosage de 400 kgs de ciment pour $0\text{m}e400$ de

sable et $0_{m}800$ de gravillon. Ce mode de protection figure au croquis No. 4 ci-après.

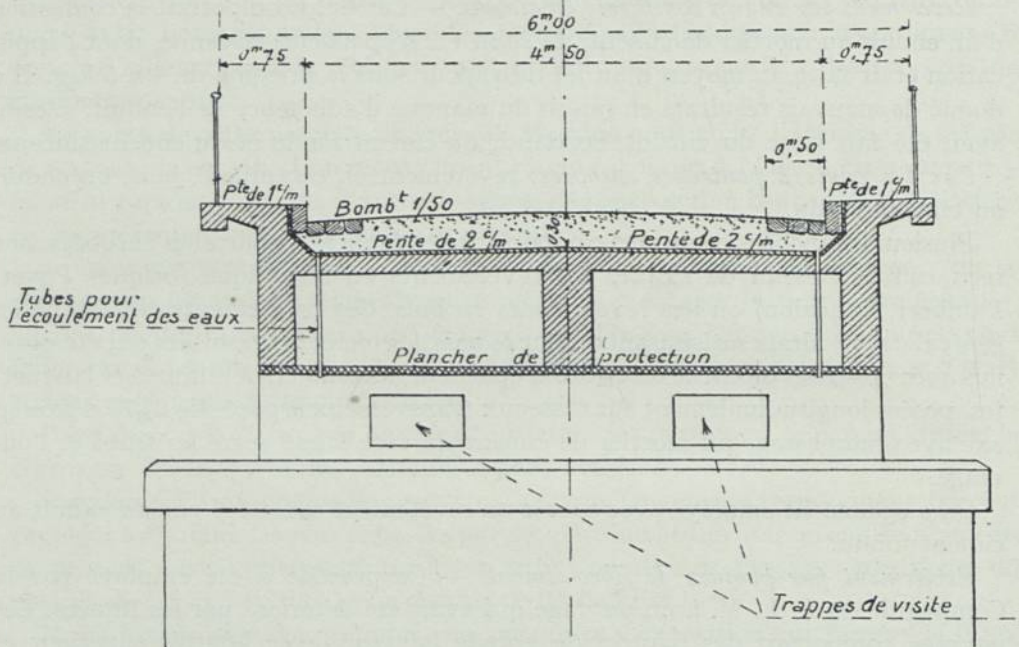
C'est un dispositif de cette nature que cette Compagnie envisage d'employer pour les ouvrages très exposés aux fumées qu'elle établira à l'avenir. Elle envisage de placer les armatures de la dalle de protection à $0_{m}03$ au moins de la face inférieure et de soigner particulièrement la construction de cette dalle, qui pourrait être refaite le cas échéant.

Protection par planchers continus en bois ou céramique. — Des applications de

CROQUIS N°. 4a

Protection de pont en béton armé par plancher général de béton armé

Échelle de $0,02 p.m.$



cette nature, analogues à celles décrites ci-dessus pour les ponts à poutrelles enrobées et dont certaines datent de 1917, ont été effectuées sur le Réseau de l'État; elles ont donné satisfaction.

Soins à donner au béton dans les parties exposées aux fumées. Dans les parties exposées aux fumées, on devra s'attacher à avoir du béton comportant aussi peu de vides que possible et à surface peu rugueuse.

À cet effet, on emploiera un mortier de forte compacité et on soignera particulièrement l'enrobage des armatures basses qu'on devra écarter d'au moins

0^m03 des faces inférieures des hourdis et poutres. On veillera également à l'obtention de surfaces lisses, soit par l'application d'enduits, soit par l'emploi de coffrages soignés contre lesquels une première couche de mortier sans gravillon est apposée.

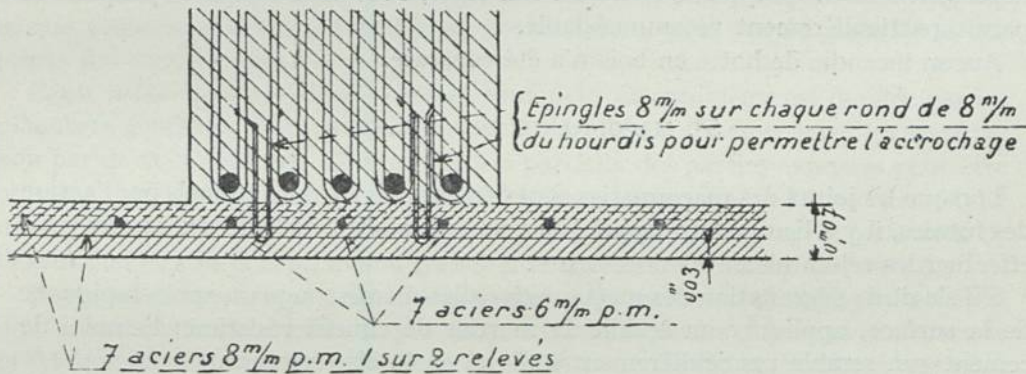
Peinture spéciale. — Divers Réseaux envisagent l'emploi d'une peinture assez plastique pour boucher les fissures ou vides du béton armé et dont on enduirait les parties des ouvrages soumises aux fumées; cette peinture devrait être inattaquable aux fumées, et empêcher l'adhérence de la suie.

Le Réseau du Midi a appliqué une peinture de cette nature sur des souches de

CROQUIS N^o. 4b

Détail du plancher de protection

Échelle de 0^m10 p. m.



cheminée de dépôt en ciment fondu; cette application est trop récente pour permettre de pouvoir porter un jugement sur cette peinture.

b. Ouvrages peu exposés. Pour les ouvrages peu exposés, on se borne à prendre les précautions indiquées „in fine” pour les ouvrages très exposés: soin apporté à la fabrication du béton, au dosage des matériaux, au fini des surfaces exposées, éventuellement application d'une peinture spéciale.

4°. HOTTES À FUMÉE DES DÉPÔTS

Hottes métalliques. — Les hottes métalliques, rapidement détériorées, ne sont plus guère employées aujourd'hui.

Hottes en béton armé. — Les hottes en béton armé présentent tous les inconvénients du béton armé en général à l'égard des fumées; de plus, elles sont de poids élevé

et d'exécution particulièrement difficile en raison de leur faible épaisseur. Aussi ont-elles donné lieu à d'assez nombreux mécomptes.

On a fait des essais de protection de la face intérieure de ces hottes par un revêtement en briques Poyet; un essai de cette nature, effectué au dépôt du Havre en 1921, a donné satisfaction jusqu'ici.

On a également employé du ciment fondu à la place du ciment Portland; des essais datant de plusieurs années ont donné jusqu'ici satisfaction.

En ce qui concerne le mode d'exécution du béton, il y a lieu de signaler qu'une application au ciment-gun, effectuée sur le Réseau du Nord, n'a pas donné de résultats favorables.

Hottes en fibro-ciment. — Il existe sur plusieurs Réseaux (Nord, P. L. M., Etat) des applications de hottes en fibro-ciment avec ossature de béton armé; certaines de ces hottes datent de 1911 (Bressuire, Réseau d'Etat) et sont encore en bon état.

Il arrive que l'ossature en béton se désagrège sous l'action des fumées, mais il est possible de la réparer facilement; des essais récents de hottes de cette nature avec ossature en béton de ciment fondu ont été entrepris.

Hottes en bois. — Depuis 1922, le Réseau de l'Etat a fait de nombreuses applications de hottes en bois avec revêtement extérieur en fibro-ciment pour la partie dépassant le toit. Ce type de hotte est très léger, s'est bien comporté jusqu'ici et paraît particulièrement recommandable.

Aucun incendie de hotte en bois n'a été constaté.

5°. MAÇONNERIE DES TUNNELS

Lorsque les joints des maçonneries sont décomposés dans les tunnels par l'action des fumées, il y a lieu de faire appel à des ciments résistants (siliceux, fondu) pour effectuer les rejointoiements nécessaires.

S'il s'agit de dégradation des maçonneries elles-mêmes, on peut, après repiquage de la surface, appliquer un enduit de mortier de ciment résistant; l'emploi de ciment-gun semble particulièrement indiqué en la circonstance.

Il est recommandé de lisser les joints et les enduits et d'employer des mortiers de forte compacité.

6°. RAILS ET TIREFONDS SOUS LES TUNNELS

Les mesures à prendre pour la protection des rails et tirefonds sous les tunnels contre les fumées, se confondent avec celles que l'on peut être amené à prendre contre l'humidité.

Des essais de peinture des rails et de goudronnage des rails et tirefonds ont été effectués sur divers Réseaux. Ces essais n'ont pas été concluants en raison sans doute de la difficulté de procéder à la réfection périodique de ces peintures et goudronnages dans de bonnes conditions. Ces procédés ne sont pas entrés dans la pratique.

Par contre, la galvanisation des tirefonds semble avoir donné des résultats satisfaisants sous les tunnels et elle est en usage sur plusieurs Réseaux.

Il serait intéressant de rechercher si l'emploi de rails en acier exempt d'inclusions métalliques ne réduirait pas sensiblement l'oxydation des rails sous les tunnels.

CONCLUSIONS

Il ressort de cette revue rapide de l'action des fumées de locomotives sur les ouvrages et des procédés employés pour y parer, que cette question n'a pas fait l'objet d'essais assez nombreux, ni de recherches suffisantes, pour que nous puissions tirer de notre étude des conclusions très précises.

Nous pouvons néanmoins déduire de l'exposé ci-dessus certaines indications et quelques règles pratiques que nous résumons ci-après :

D'une façon générale, il faut éviter :

— la stagnation des fumées sous les ouvrages ; on devra donc aérer largement les halles, éviter ou masquer les formes d'ouvrages où la fumée peut trouver des emplacements sans issue et séjourner, etc.

— les dépôts de suie, qui favorisent l'attaque du métal ou du mortier ; on devra donc brosser de temps à autre les parties des ouvrages métalliques où se dépose la suie, rechercher des parements lisses pour le béton, ou le mortier dans le cas des joints des maçonneries.

Ponts métalliques. — Une solution complète du problème est donnée par les planchers généraux de protection en bois, céramique ou béton armé (protégé ou non par de la céramique). Une protection partielle des parties exposées peut être obtenue par l'enrobement au mortier de ciment ; la réussite ou l'échec de ce type de revêtement est du surtout, semble-t-il, à la plus ou moins grande perfection de l'exécution et à la plus ou moins grande intensité des vibrations de l'ouvrage.

Ponts en béton armé ou à poutrelles enrobées. — De même que pour les ponts métalliques, une solution complète du problème est donnée par les planchers généraux de protection en bois, ciment, céramique ou béton armé. Le ciment fondu et le ciment siliceux présentent à cet égard une résistance à l'attaque des fumées supérieure au ciment Portland.

Sans recourir à ces procédés de protection, une meilleure tenue du béton armé à l'égard des fumées sera obtenue par l'augmentation de la compacité du mortier, l'enrobement soigné des armatures basses, l'absence de toute rugosité des parements.

Hottes à fumée. — Deux types de hottes semblent avoir reçu la consécration de l'expérience : la hotte en fibro-ciment avec ossature en béton armé et la hotte en bois.

* * *

Nous nous rendons compte du caractère incomplet des observations et des

conclusions de la présente étude. Nous avons cru devoir néanmoins les présenter au Congrès, persuadé que c'est par le rapprochement des renseignements, la multiplicité des essais et la mise en commun des recherches et des résultats, que l'on peut espérer une amélioration de la technique au point de vue spécial où nous nous sommes placé.

Parmi les questions qu'il serait intéressant de mettre à l'étude ou à l'essai, nous signalerons en particulier :

- la recherche du processus de l'action chimique des fumées sur les ciments;
- la recherche de peintures spéciales protégeant efficacement le métal et le béton contre l'action des fumées;
- la possibilité d'application d'acier exempt d'inclusions non-métalliques ou d'acier au cuivre pour les parties des ouvrages métalliques les plus exposées aux fumées.

TESTING OF COAL AND COKE

by

W. B. CALKINS, A. C. FIELDNER, W. H. FULWEILER and W. A. SELVIG ¹⁾

Part I.

STANDARD SAMPLING OF COAL AND COKE

By W. B. CALKINS

Chemist and Fuel Engineer, Coleman and Co., Philadelphia, Pa.

The rapid increase in the consumption of coal for many and varied industrial purposes in the past thirty years, has forced the chemical and engineering world to recognize the need and value of standard methods of sampling and testing the raw material so that accurate information would be secured which could be checked or reproduced as often as desired.

For many years coal received but little attention from those interested in industrial research. It was accepted as a necessary part of industrial life and, being widely distributed and the cheapest form of fuel available, was purchased and used with almost no consideration being given to its complex qualities or to its economical utilization. Being easy to secure and low in cost, coal was looked upon as almost a necessary evil that must be tolerated in spite of the smoke, dirt and ashes produced. Coal being black in colour was considered as a dirty substance and therefore did not readily attract research ability. Had it the appearance of diamonds and rubies and sold at the price of food, most of its chemical and combustion secrets would, no doubt, have been investigated and recorded on the pages of scientific history years ago.

During the early periods of industrial growth, coal was used in small quantities by many small plants and was only a means to the end of industrial production and advancement. The manufacturing and chemical world had other problems that promised greater financial returns and therefore coal received but little research consideration.

¹⁾ Read at the Congress by Mr. W. H. Fulweiler.

About thirty years ago the rapidly increasing cost of coal and transportation, together with the concentration of consumption in large plants brought fuel bills to the point where the possibility of reducing them could no longer be overlooked in comparison with other possible financial savings. This condition together with the development of mechanical grates of various forms, which were much less adaptable to changes in combustion characteristics of coal than the old, almost universal hand firing method, forced a progress in the investigation of the problems which previously had been considered of little value or baffling by reason of their complexity.

Laboratory methods of analysis and test were developed and generally adopted long before the coal sampling problem was given much consideration. Another case of the cart before the horse, but coal was cheap, plants were small and the dirty, unpleasant conditions in boiler rooms and coal-mines, together with the low prestige and earnings of most everyone connected with the production and use of coal, delayed the study of this phase of coal research which had to be solved before accurate data could be obtained.

In the United States, prior to 1908, little attention had been given to accurate coal sampling methods. The methods employed were practically a bodily transfer of the scheme used in sampling homogeneous materials without thought whether such a method would apply to a variable substance such as coal which contained coarse, medium and fine pieces of pure coal, impure coal, slate, rock and sulphur balls all mixed together in an unknown percentage basis.

Consumers who purchased coal on a specification basis stipulated that the samples should be analyzed in accordance with the method adopted by the American Chemical Society in 1899 but the specifications contained no definite instructions for taking, crushing, or quartering down the original samples. The haphazard and often grossly inaccurate methods of sampling produced a large number of unwarranted complaints, both from the producer and the consumer, for careless sampling may increase the ash content far more above the true value than it is possible to lower the ash below that value. Such methods discredited the value of specifications and technical control as the producers were positive that the coal in question did not vary to any such extent as shown by the analyses of the samples.

In 1908 E. G. Bailey, the well-known mechanical engineer, carried out an extensive series of sampling experiments and correlated the results mathematically to establish the fundamental principles of sampling non-homogeneous substances such as coal, coke, iron ore, fertilizer, etc. Mr. Bailey presented the facts, as established by his exhaustive investigation, in a paper entitled „Accuracy in Sampling Coal” at a meeting of the Industrial Division of the American Chemical Society in December 1908 ¹⁾. The basic method, as worked out by Mr. Bailey, after additional research and checking by the U. S. Bureau of Mines ²⁾ and other investigators, was adopted as the standard sampling method by the American Society for Testing Materials.

¹⁾ Bailey, E. G., Accuracy in Sampling Coal. Ind. Eng. Chem., vol. 1, pp. 161—178, 1909.

²⁾ Bureau of Mines, Bulletin 63, pp. 15—22, 1913.

The most important feature of this work was to establish the fact that errors in sampling are caused not so much by the inclusion or exclusion of the largest pieces of impurity as by the unequal division in quartering of the large number of small pieces of impurities present in the sample, and the investigation demonstrated that the variation from the exact half, in the division, follows the laws of probability, so that knowing approximately the percentage of impurities and their average weight, the size of sample that must be taken, to ensure that the error will not exceed a certain percentage, can be fixed accurately.

To develop this information a large number of quarterings were made with sand containing small pieces of coal, the number of pieces of coal being varied systematically in the different series of quarterings to establish the rate of variation or probable error of the number of pieces obtained in quartering, compared with the exact half for different number of pieces of coal in the same amount of sand. These results were checked by analyses of samples of pure coal to which slate had been added and quartered in the same manner. From this data, it was possible to derive the formula for the probable error and the possible error, that is, the largest error which would be found in 10,000 samples by assuming, as seems very reasonable, that the average weight piece of impurity is half the largest.

In this paper Mr. Bailey gave complete details of all the tests made together with the mathematical formulas developed and graphically shown on plotted curves. As this paper was reprinted in full in Volume No. 1 of the Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 1909, a detailed description of the test and reproduction of the mathematical formulae and curves will be omitted from this paper.

From his research work Mr. Bailey developed the fact that in sampling a non-homogeneous material, such as coal, the character and percentage of slate, rock, bone-coal, and the size of the pieces of impurities and coal are the main factors to be considered in taking, crushing and quartering down the original sample.

In a private communication from Mr. Bailey reviewing the sampling investigation, Mr. Bailey stated, „Further reasoning along this line indicated that in order to keep the percentage, which a given piece of slate or impurity would be to the total, at a very small amount, it was necessary to hold some relation between the size of such pieces and the total weight of the initial sample. Also a definite relationship between such pieces of impurities and the quantity of sample should be maintained as the sample was further crushed and quartered”. This definite relationship was best described by Mr. Bailey in his paper by the term “Size-Weight” ratio.

As a result of this coal sampling investigation Mr. Bailey prepared a bulletin ¹⁾ describing practical methods of sampling coal and coke. The opening statements of this bulletin are worthy of careful thought and study and are as follows:

“Much money is wasted by having non-representative samples of coal analyzed; unwarranted complaints are often based upon analyses made from such samples; and sometimes unjust premiums are paid or penalties exacted, due to the samples not truly representing the coal from which they were taken.

¹⁾ Bailey, E. G., How to Sample Coal and Coke, Bulletin 4, Fuel Testing Co., 1910.

Properly taken samples of coal are of great value, for the correct analyses of them assist the coal operator to intelligently direct the workings of his mines and the preparation of coal or coke being produced; they aid the sales department in placing coal where it will give the best satisfaction; and they make it possible for the consumer of coal to buy intelligently and secure the fuel best adapted to his needs, but non-representative samples are worse than valueless under all circumstances.

The variety of conditions under which coal and coke must be sampled make it quite impossible to follow any one method without some deviation; however, there are a few general principles, which if understood and practised, will greatly increase the value of samples taken.

Coal should be sampled:

1. By taking equal increments from a great many equal parts of the original quantity.
2. By taking increments of such size that the largest lumps may be included.
3. In such a manner that a true proportion of all sizes will be secured.
4. Blindly, so far as slate and impurities are concerned.
5. By taking such a quantity that the largest pieces of slate or impurities will be insignificant in proportion to it.

The original sample should be reduced in such a manner that:

1. The part discarded is exactly like that retained.
2. There will be no unaccounted for loss or gain in moisture.
3. No dust or other material will be blown away or lost through cracks in the floor.
4. No foreign matter will get into it.

The above fundamental principles should be followed whether the coal is sampled in the mine, as it is being burned, or during any intermediate stage of its transportation, but the detailed method of applying them will naturally vary with conditions. Some of the principles are self-evidently essential, while others may at first appear to be unnecessarily precautions.

Accuracy in sampling is more important than is accuracy in the laboratory, for if one laboratory does not do accurate work, samples can be sent to others that do, but if the sample is wrong — all is wrong, and it may be too late to take another."

In sampling coke the fundamental method is the same as for coal, but as coke, especially by-product coke, is much more homogeneous than is the average coal a smaller sample will be satisfactory. As the free impurities are usually small in size and fairly well mixed in the raw coal as charged into the coke ovens the "Size-Weight" ratio can not be used as a guide in determining the size of the sample of coke which must be taken to secure any desired degree of accuracy but the method as adopted by the American Society for Testing Materials will be found satisfactory in sampling coke made from good coal that has been crushed and mixed for the purpose of securing a uniform coke. If coarse coal containing a large amount of free impurities is used, as is sometimes done in the bee hive ovens, a large sample is necessary to secure accurate results.

The standard methods of sampling coal and coke were adopted in 1916 by the American Society for Testing Materials and are published in the 1924 book of A. S. T. M. Standards.

The adoption of standard methods by the Engineering and Chemical Societies has not however solved the coal sampling problem. Coal producers, consumers, fuel engineers and chemists continue to deceive themselves with non-representative samples. Sampling coal by hand is hard, dirty work and is usually attempted by untrained men or boys who receive no intelligent supervision, so it is no wonder that coal is still a mysterious material to many people.

Part II

PRESENT STATUS OF STANDARDIZING METHODS FOR ANALYSIS OF COAL AND COKE IN THE UNITED STATES ¹⁾

by

A. C. FIELDNER ²⁾ and W. A. SELVIG ³⁾

As some of the determinations made in the analysis of coal and coke are empirical, they require careful standardization to be of much value for use in specifications. In 1904, a committee on standard specifications for coke was organized by the American Society for Testing Materials, and in 1909 a committee on standard specifications for coal was also organized. These two committees soon recognized the necessity for standardization of methods, so they assembled data on methods of analysis then in use.

Later it was decided that the standardization of methods of analysis of coal was of sufficient importance to justify the creation of a separate committee, so in 1911 the Society appointed a committee on methods of laboratory sampling and analysis of coal. As a committee on coal analysis of the American Chemical Society had in 1899 published methods ⁴⁾ for the analysis of coal, the two committees served as a joint committee on coal analysis. This joint committee appointed the following sub-committees:

1. Preparation of samples, including loss of moisture in sampling.
2. Moisture.
3. Deterioration.
4. Volatile matter.

¹⁾ Published by permission of the Director, U. S. Bureau of Mines.

²⁾ Chief Chemist U. S. Bureau of Mines, and Superintendent Pittsburgh Experiment Station. Chairman, Committee D-5, on Coal and Coke, American Society for Testing Materials.

³⁾ Associate chemist U. S. Bureau of Mines. Secretary Committee D-5, on Coal and Coke, American Society for Testing Materials.

⁴⁾ Report of the Committee of the American Chemical Society on coal analysis. Journal American Chemical Society, vol. 21, 1899, pp. 1116—1132.

5. Fixed carbon and ash.
6. Sulfur.
7. Phosphorus.
8. Ultimate analysis.
9. Calorimetric determination.
10. Interpretation and computation. (Whole Committee).

In 1913, the first preliminary report ¹⁾ was published, and in 1914, a second preliminary report ²⁾. The first preliminary report includes preparation of the laboratory sample, and determinations of moisture, ash, volatile matter, fixed carbon (by difference), sulfur, and calorific value. The second preliminary report covers the determinations given in the first report, and in addition the determinations of phosphorus, carbon, hydrogen, nitrogen, and oxygen (by difference). These reports contain information of value to the coal analyst, as different methods for the various determinations are given and discussed. The joint committee received valuable criticisms and suggestions as a result of the publication of the reports. The methods that were finally selected were those that could be readily made and were considered to be of sufficient accuracy for the commercial analysis of coal. In 1915, these methods were published by the American Society for Testing Materials ³⁾ as tentative methods and were accepted in 1916, with some revisions, by the Society as standard methods ⁴⁾. The methods were also accepted as standard methods of coal analysis by the American Chemical Society ⁵⁾.

As the methods for analysis of coal are in general applicable to coke, the coke committee of the Society, in collaboration with the joint committee on coal analysis and a committee on coke analysis of the American Foundryman's Association, prepared methods for analysis of coke which were published by the Society in 1916 as tentative methods ⁶⁾. These methods include the preparation of the laboratory sample and the determinations of moisture, ash, volatile matter, fixed carbon (by difference), sulfur, and phosphorus. In 1918 the methods were accepted by the Society as standard methods ⁷⁾.

In 1918, the United States Bureau of Mines published the results of an investigation of methods for determination of fusibility of coal ash ⁸⁾, and recommended a method, designated as the gasfurnace method, for ash-fusion determinations. In this method the finely ground ash is made into triangular pyramids 0.75 inch high and 0.25 inch at each side of the base. The ash cones are heated in a gas-fired fur-

¹⁾ Preliminary report for the committee on coal analysis of the American Society for Testing Materials and the American Chemical Society. *Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 5, 1913, pp. 517—528.

²⁾ Preliminary report of the joint committee on coal analysis of the American Society for Testing Materials and the American Chemical Society. *Proceedings, American Society for Testing Materials, Part I, 1914*, pp. 410—452.

³⁾ *Tentative Methods for Laboratory Sampling and Analysis of Coal*. American Society for Testing Materials Year-Book, 1915, pp. 596—624.

⁴⁾ *Standards, American Society for Testing Materials, 1916*, pp. 550—579.

⁵⁾ *Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 9, 1917, pp. 100—107.

⁶⁾ *Proceedings, American Society for Testing Materials, Part I, 1916*, pp. 551—563.

⁷⁾ *Standards, American Society for Testing Materials, 1918*, pp. 709—720.

⁸⁾ Fieldner, A. C., Hall, A. E., Feild, A. L., *The Fusibility of Coal Ash and the Determination of the Softening Temperature*, Bull. 129, U. S. Bureau of Mines, 1918, 146 pp.

nace under definite prescribed conditions, and the point where the cone has fused down into a spherical lump is taken as the fusion temperature. Check determinations of the method by different laboratories showed that reproducible results were obtained. This method was published by the Society in 1919 as a tentative method ¹⁾. The method was continued as tentative pending the results of an investigation by the Bureau of Mines of a more rapid method known as the micropyrometer method. The results of this investigation ²⁾ showed that the two methods could not be considered alternate methods for all coal ashes, especially for the more refractory ashes which gave considerably lower fusion points by the micropyrometer method as compared to the gas-furnace method. In 1923 the latter method was accepted by the Society as a standard method as it appeared to give results more indicative of the clinkering characteristics of various coals than did the micropyrometer method ³⁾. Experimental work has been in progress at the Bureau of Mines for over a year to determine the relation between the fusibility of coal ash, and clinker formation in furnaces. The coals thus far examined have shown a general relationship between fusibility and clinker formation.

In 1923 the coke committee of the Society was combined with the coal committee as the interests of the two committees were closely related. This combination led to a unification of the methods for analyzing coal and coke, which were heretofore published as separate standards. These will be combined in the A. S. T. M. Standards for 1927.

The committee on coal and coke of the Society now consists of about 45 members representing government and municipal bureaus, coal and coke producers and consumers, and testing laboratories. The sub-committee on methods of testing has acted jointly with the committee on coal analysis of the American Chemical Society, and has representatives of the American Foundryman's Association, the American Gas Association and the National Electric Light Association. The coal and coke committee meets about three times a year for consideration of reports by the different sub-committees engaged in revising or developing methods of analysis or testing. From time to time the standard methods are revised when such revisions appear to be desirable.

This year (1927) the committee is recommending to the Society that the bomb-washing and sodium-peroxide fusion methods for the determination of sulfur should be adopted as alternate standard methods, thus placing them on a par with the Eschka Method. This appears to be advisable as many laboratories find it convenient to determine sulfur in the washings from the oxygen-bomb calorimeter following the calorimetric determination. The sodium-peroxide fusion method is also a rapid method and is used by a number of laboratories. These two methods were

¹⁾ Proceedings, American Society for Testing Materials, Part I, 1919, pp. 756—763.

²⁾ Fieldner, A. C., Selvig, W. A., and Parker, W. L., Comparison of the Standard Gas-Furnace and Micropyrometer Methods for Determining the Fusibility of Coal Ash. *Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 14, 1922, pp. 695—698.

³⁾ Fusibility of coal ash as related to clinker formation. Bull. 29, Mining and Metallurgical Investigations, Carnegie Institute of Technology, 1926, 63 pp.

carefully investigated by the committee and found to give results which checked those of the present standard Eschka method sufficiently close to justify their adoption as alternate methods with the Eschka method ¹⁾.

A sub-committee is investigating methods of determination of "agglutinating" properties of coals. Another sub-committee is considering the allowable tolerances in analyses of duplicate samples of coal when such samples are taken from the same shipment of coal by different samplers. Progress has been made in the standardization of a method of size testing of anthracite and of size testing and making cubic foot weights of coke and crushed bituminous coal. The committee has prepared a tentative method of size testing of powdered coal ²⁾. This method is being continued as a tentative method pending experimental work on methods of collecting a representative sample of powdered coal from a moving stream of coal and air inside a pipe. A sub-committee on nomenclature and definitions has prepared definitions of terms relating to coal and coke. The definitions of the terms proximate analysis, ultimate analysis, moisture, ash, volatile matter, and fixed carbon are being recommended to the Society this year for publication as standard definitions.

The standard methods of analysis of coal and coke have been almost universally adopted in the United States by government, commercial, and testing laboratories. They are generally specified when coal or coke is purchased under specifications. The general adoption of the methods in America has been gratifying to the members of the coal and coke committee who have given much time and thought to their development.

Part. III

STANDARDIZED PHYSICAL TESTS OF COKE AND THEIR INTERPRETATION

by

O. O. MALLEIS ³⁾

No phase of coke technology has aroused more discussion than the properties which make coke suitable for blast furnace and other definite uses. The methods for the chemical analysis of coke have been standardized for a number of years, and are generally recognized as satisfactory. The greatest differences of opinion have related to physical characteristics, and until recent years, little has been done on the standardization of methods for evaluating the physical properties of coke.

¹⁾ Selvig, W. A., and Fieldner, A. C., Check Determinations of Sulfur in Coal and Coke by the Eschka, Bomb-washing and Sodiumperoxide Fusion Methods, *Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 19, 1927, pp. 729—733.

²⁾ Proceedings American Society for Testing Materials, Part I, 1926, pp. 898—902.

³⁾ Chief chemist The Koppers Co., Pittsburgh, Pa.

The first step consisted in studying and standardizing, so far as possible, the physical tests in most common use. These were the shatter test for determining the resistance of coke to breakage on handling and the apparent and true specific gravities from which the porosity or per cent cell space may be computed. The Standard Method of Shatter Test for Coke ¹⁾ was adopted in 1923 and is probably the most widely used of the methods for physical tests for coke. In the shatter test 50 pounds of coke, none of which will pass 2-inch square sieve openings in any position, are dropped four times from a height of six feet. The material is then sieved over square mesh sieves having a range of sizes from 2 inches (5.08 cm) down to $\frac{1}{2}$ inch (1.27 cm). The per cent remaining on the 2-inch square mesh sieve is usually taken as the index of the resistance of coke to shattering.

The Standard Method of Test for Volume of Cell Space of Lump Coke ²⁾ was adopted in 1924. In this method, the apparent or bulk gravity is determined on a sample of not less than 25 pounds of coke pieces representative of the material under consideration. The true specific gravity is made on 200 mesh coke in a Hogarth specific gravity bottle. Water is used as the liquid in both tests. At the present time, the most importance is attached to the apparent or bulk gravity since this value so materially effects the weight of coke per unit volume.

Methods for three additional physical tests of coke are under consideration at the present time and will probably be submitted as Tentative Standards this year. These are the sieve test for determining the size and uniformity of the coke pieces; the cubic foot weight test for obtaining the weight of coke per cubic foot and the tumbler or "hardness test" designed to give a relative value for the resistance of coke to mechanical attrition in the blast furnace.

In the sieve test, square mesh sieves are used starting with the 4-inch (10.16 cm) opening and going down to the 0.131 inch (0.33 cm.) opening. For openings up to 1.050 inch (2.67 cm) a sieve scale will be used in which the widths of the successive openings will have a constant ratio of 1.414, while the areas of the successive openings will have a constant ratio of 2, taking the 200-mesh sieve with an opening of 0.0029 inch (0.0074 cm) as the base or starting point. For openings larger than 1.050 inch (2.67 cm) this fixed ratio sieve scale has not been established and for these larger openings the 1.5 inch (3.81 cm), 2.0 inch (5.08), 3.0 inch (7.62 cm) and 4.0 inch (10.16 cm) sieves are the ones usually used.

The importance of the sieve test is becoming very generally recognized. Uniformity in size of coke pieces and freedom from "fines" are the two points in which there is the most interest. For the blast furnace, the percentage of coke remaining on the 2-inch screen is also considered a very important figure.

For determining the cubic foot weight of coke, it is planned to use a box measuring 2 feet (60.96 cm) by 2 feet by 2 feet which would be a box of 8 cubic feet (0.2265 cu.m.) capacity. The data obtained so far, give promise that this size box will give figures that are reproducible without involving the handling of such large

¹⁾ Standards, American Society for Testing Materials, 1924, pp. 1025—1027.

²⁾ Ibid. pp. 1028—1032.

quantities of coke as to make the test impractical. The weight of coke per cubic foot or per unit volume is of utmost importance to practically all users of coke.

The tumbler or "hardness test" of coke is a development of the test advocated by Mr. G. D. Cochrane of England in 1909. Briefly the present American practice is to rotate 22 lb. (10 kg) of coke from 2 inches (5.08 cm) to 3 inches (7.62 cm) in size in a steel drum 36 inches (91.4 cm) in diameter, 18 inches (45.7 cm) long with two equally spaced 2-inch (5.08 cm) angles, for 1200 revolutions at the rate of 20 revolutions per minute. The coke is then sieved and the quantity remaining on a 0.25 inch (0.635 cm) square mesh is reported as the "Hardness Factor". Recently the use of the quantity remaining on the 1-inch (2.54 cm) square mesh sieve has been taken as a better indication and has been called the "Stability Factor"

Part IV

THE VALUE OF STANDARD TESTS FOR DETERMINING SUITABILITY OF COAL FOR MANUFACTURING GAS AND BY-PRODUCTS

by

W. H. FULWEILER ¹⁾

In the manufacture of gas, while we wish to transform the largest possible amount of thermal energy in the coal into the gaseous form, yet this gas must possess certain characteristics regarding its composition and content of impurities and the coke residue must be of such a character that it will be available for commercial uses.

There are two factors, however, that must be taken into account, viz. quantity and quality of the products formed.

It was evident to the pioneers in the gas industry that bituminous coals varied among themselves in their usefulness for the production of gas and by-products and some form of proximate and ultimate analysis has been used for valuing gas coal from the early days of the industry.

At the present time, the results of the proximate analysis are relied upon for the preliminary information regarding the valuation of a gas coal.

The volatile content is naturally of first interest and gas coal generally will contain at least 35 % of volatile matter when calculated on the ash and moisture-free basis.

The fixed carbon: volatile ratio while not always reliable is generally indicative of the type of coal and for gas coals we expect that this ratio should be between 1.4 and 2.0. The moisture is a further rough check on the type of coal.

While the total sulphur as determined in the proximate analysis does not give a

¹⁾ Chemical Engineer, The United Gas Improvement Company, Philadelphia, Pa.

direct indication of the manner in which it will react when the coal is carbonized, yet there is a general relation between the percentage of total sulphur and the amount of the organic sulphur compounds in the gas.

From the viewpoint of the coke, we can obtain some idea of its nature by examining the coke button which is left after the determination of the volatile matter and the percentage of ash will naturally be reflected directly in the coke.

The fusion point of the ash governs the suitability of the coke for domestic use and for water gas manufacture.

The following specifications formulated by the A. S. T. M. for gas and coking coal illustrates the use of the results of the proximate analysis for the evaluation of coals for gas making purposes.

Serial Designation. D 166—24.

1. Gas and coking coals must yield both merchantable gas and coke when distilled in a retort or oven by commercial methods. The type of coals may vary within rather wide limits according to the treatment in the retort and the market for the products. These specifications, therefore, merely give the limits within which gas and coking coals will usually fall, and indicate the circumstances under which further restrictive conditions should be imposed.

I. SAMPLING AND ANALYSIS

2. The coal shall be sampled in accordance with the Standard Method of Sampling Coal (Serial Designation: D 21) of the American Society for Testing Materials.

3. Analysis of the coal when required, shall be made in accordance with the Standard Methods of Laboratory Sampling and Analysis of Coal (Serial Designation: D 22) of the American Society for Testing Materials.

II. CHEMICAL AND PHYSICAL PROPERTIES

The carbon ratio, that is, the ratio of fixed carbon to volatile matter, while not entirely reliable, is the best simple index to the behaviour of the coal when carbonized. The carbon ratio in the case of gas coals will vary from 1.4 to 2.0 and for coking coals from 1.4 to 5.0. The latter includes a wide range of coals varying from high volatile gas coal to low volatile or "smokeless" coal.

4. *a.* The percentage of moisture in the coal as mined shall be subject to agreement by the purchaser and the seller.

b. In the absence of a definite agreement between the purchaser and the seller, the mine moisture in the coal as mined shall not exceed 4.0 percent. The moisture shall be determined by the general average composition of coal from the mine in question and an analysis of each shipment shall not be required.

5. The fusion temperature of ash of coal, the coke from which is intended for

domestic and industrial use, shall not be below 2200° F. In the case of coke for use in the manufacture of water gas, the fusion temperature of the ash of the coal shall preferably be higher than 2300° F. The fusion temperature of the ash shall be determined in accordance with the method for determination of fusibility of coal ash appearing in the Standard Methods of Laboratory Sampling and Analysis of Coal (Serial Designation: D 22) of the American Society for Testing Materials.

Note: The fusion point of ash is not usually important for metallurgical work. It is important, however, in the case of coke for domestic and industrial furnace use and for the manufacture of water gas.

SPECIAL REQUIREMENTS FOR GAS COALS

6. Gas coal shall contain no less than 35.0 percent. of volatile matter when determined on the moisture and ash-free basis.

Note: This is equivalent to 30.8 percent volatile matter for a coal containing 12.0 percent of combined ash and moisture.

7. In the case of gas coals, the ash in the dry coal shall be not over 7 percent.

8. The composition of gas coal shall be such that the dry coke produced therefrom will contain not over 1.5 percent of sulphur and the resultant gas will contain no more than 30 grains of sulphur in the form of compounds other than hydrogen sulfide, per 100 cu.ft. of gas.

9. Gas coal shall be such that the coke produced therefrom will be of sufficient size and strength to be suitable for domestic use or for the manufacture of water gas

Note: These physical characteristics of coke are not amendable to simple explicit definition and must necessarily be left to the judgment of experienced operators.

If the seam or district from which the coal originates is known, the data thus secured from the proximate analysis will generally be sufficient to give a very fair idea of the general value of the coal for gas making purposes because previous experience will permit interpreting these data. If, on the other hand, the source of the coal is unknown, further information is necessary regarding the rank of the coal.

There are three systems of coal classification in use in the United States. That used by the Geological Survey ¹⁾ involves the use of the proximate analysis and certain physical characteristics. The method of Parr ²⁾ plots the heating value and volatile matter of the pure coal substances as calculated from the proximate analysis, while the method of Ashley ³⁾ is based on the fixed carbon content of undried ash-free coal.

¹⁾ Campbell, M. R. U. S. Geological Survey Economic Geo. 3, 134—142.

²⁾ Parr, S. W. Jour. Ind. & Eng. Chemistry 14 (1922) p. 919—22.

³⁾ Ashley, G. H. Coal Age, 25 (1924) p. 167—71.

For many purposes any one of these three methods will be of great service. From the carbonization standpoint, oxygen appears to have very considerable importance as it affects the character of the gas, tar and coke produced, and the ultimate analysis, particularly the determination of oxygen, will quite definitely fix the character of the coal when taken into consideration with the data previously obtained.

The data thus acquired, however, must still be interpreted in the light of experience gained with the particular type of apparatus that is used for carbonizing the coal.

From the early days of the industry attempts have been made to eliminate the necessity of interpreting the results of chemical analysis and to devise tests which would give directly the yield of gas, coke, tar and ammonia.

In some of the earliest handbooks on the manufacture of gas a testing apparatus is described which was usually in the form of a miniature retort provided with condensing and scrubbing apparatus, and with a holder to collect the gas thus made. These plants used a charge of coal varying from .01 to .0001 of a ton. Experience, however, indicated that it was quite difficult to correlate the results thus obtained in the miniature plant with those obtained in the full scale operation so that the size of the testing plant was increased until it became either a full size plant or in some places sections of one or more full sized retorts were set aside for testing purposes and were provided with the necessary purifying and measuring apparatus.

In a number of cases from one to three full sized horizontal retorts are utilized as a test plant and some very valuable information has been secured from their use. In plants of this size sufficient coal is tested to yield adequate samples of the by-products to permit their commercial valuation.

The commercial carbonizing apparatus of the different types however, vary among themselves in regard to the rate of heating and final temperatures employed in the area and character of the fixing surface to which the products are exposed, and in a number of other factors so that the results obtained even in full sized horizontal retorts cannot be compared with what may be expected from vertical retorts or coke ovens.

The large amount of coal required for full scale tests and the subsequent expense and time involved have naturally led to the study of laboratory tests.

The development of such tests has been due to a realization that it was quite impossible to duplicate all the variables or factors which would effect the distillation of the coal in the various types of carbonizing apparatus that are in use today so that instead of attempting to duplicate the operating conditions the work has been directed toward the development of a simple empirical test operated under readily reproduceable conditions that would give standard yields that could be correlated with the results obtained on large scale plant by the application of suitable factors.

While tests of this type have not been standardized by our Society, they are extensively used by two large organizations in the United States. The method used

by the U. S. Steel Corporation is available in published form ¹⁾. In this test, 20 grams of coal ground to pass a 40 mesh sieve is heated to a final temperature of 900° C. in a silica tube in which there is provision to simulate cracking due to contact of the products with the hot walls of the retort by passing the products through 3" of silica brick heated to a red heat.

The tar is filtered through cotton wool maintained at a temperature above the boiling point of water, ammonia is absorbed by sulphuric acid and after the removal of water vapour, light oils are frozen out in a bath of CO₂ snow. The coal gas is then analyzed.

It is possible to run a test with this apparatus within three hours and by applying suitable factors, determined by experience, the results thus obtained can be correlated with the results from large scale operation.

While the actual yield of gas and by-products is of very considerable importance in evaluating coal, yet in most cases the characters of the by-products are of fundamental importance in determining their commercial usefulness and it is quite evident that very little can be learned regarding the character of the coke or tar by the carbonization of small samples of coal.

With testing apparatus of intermediate size such as that previously described and where from 300 to 1000 pounds of coal is tested and where sufficient gas, tar and coke is produced to enable their commercial characteristics to be determined yet the data thus secured especially that for the coke and tar are valid only for the particular type of test apparatus and carbonizing conditions that were used.

This naturally brings us to the conclusion that while laboratory and small scale tests of coal can give much valuable information regarding the expected yields of gas and by-products, it is necessary that the coal should be treated in large scale apparatus under commercial operating conditions before we can be assured of its commercial value for gas manufacture.

DISCUSSION

DR. LOBRY DE BRUYN, Amsterdam

asks speaker, whether there is anything specified about the atmosphere in which the determination of the melting point of ash is made. Oxydising or reducing atmosphere can give variations of 150—200° C. Which melting point is according to the opinion of the speaker the one which is in relation to the melting under practical conditions?

MR. W. H. FULWEILER, Philadelphia

The Bureau of Mines have carried out a very complete research on the effect

¹⁾ „Sampling and Analysis of Coal, Coke & By-Products" Methods of the Chemists of the U. S. Steel Corporation (1923) p. 76—86.

of different atmospheres on the fusing point of coal ash, They showed that with ash containing large amounts of iron the reducing atmosphere gives results several hundred degrees lower than in the oxydising atmospheres. In the standard method the atmosphere is reducing.

Prof. Dr. SCHLÄPFER, Zürich

weist besonders auf die Wichtigkeit der Probenahme bei Lieferungsverträgen hin und schildert das in der Schweiz übliche Verfahren. Man untersucht bei einem Handelsvertrage eine grosse Zahl von Proben, und zwar eine auf jede 20 Waggons. Die Abweichungen von dem Durchschnittswerte dürfen nicht zu gross sein.

Er macht darauf aufmerksam, dass die Probenahme besonders von Förderkohlen schwierig ist; besser geht sie bei Waschprodukten und Briektkoksen die aus gewachsenen Kohlen hergestellt werden.

Bei der Abwicklung von Garantieversuchen hat die Probe-entnahme in der Schweiz wenig Anstände gebracht; man hält auf die Untersuchung vieler Proben, um die durch die Probenahme bedingten Fehler möglichst zu kompensieren.

F. HOETTE, Rotterdam

Von grösser Wichtigkeit ist die Bestimmung einer Methode zur Probenahme die schnell arbeitet. Die Beladung der grossen Dämpfer, mit Greifern, deren Inhalt 10—11 Tonnen fasst, und wobei 43 bis 63 Greiferspiele pro Stunde gemacht werden, lässt keine Probenahme zu, weil die Liegekosten für einen Dampfer in keinem Verhältnis zu dem wirtschaftlichen Wert der Analysebeurteilung stehen.

Prof. Dr. KINDSCHER, Berlin-Lichterfelde

Es fehlen Angaben über die Probenahme aus grossen lagernden Kohlenmassen auf Fabrikhöfen u.s.w. Der Lademeister regelt das, es ist sehr schwierig.

Prof. Dr. SCHLÄPFER, Zürich

In Amerika geschieht die Probenahme automatisch auf Rutschen, das ist sehr schön, besser als beim Entladen.

Mr. W. H. FULWEILER, Philadelphia

thinks that by the answer of Prof. Dr. Schläpfer the preceding speakers will be satisfied.

UEBER STEINKOHLLE

von

ING. F. C. WIRTZ CZN.

In den letzten Jahren wird man beim Einkauf von Brennstoffen allmählich bestrebt sein fest zu stellen, welchen Wert diese Brennstoffe für einen gewissen Zweck haben.

Dabei kann man vom Standpunkt ausgehen, dass man vorstehen kann mit Brennstoffe zu kaufen von Bergwerken und Schichten, die Kohlen von bekannten Eigenschaften liefern, und daneben durch Musternahme und Untersuchung feststellen, ob die abgeschickte Kohlenladung ein anständiges Aschen- und Wassergehalt besitzt. In einzelnen Fällen (z.B. bei den Gaswerken) wird der Gehalt an flüchtigen Bestandteilen mit bestimmt.

Daneben kommt es (am wenigstens hier zu Lande) vor, dass der Käufer den Vorzug gibt bei den Unterhandlungen mit den Händlern keine bestimmte Bergwerke oder Schichte zu nennen, aber einige Eigenschaften anzugeben, welche für ihn besondere Bedeutung haben.

Es soll jedem klar sein, dass hierbei das Angeben von Grenzen für Aschen- und Wassergehalt und den Gehalt an flüchtigen Bestandteilen nicht genügt, sondern dass man dazu noch Bedingungen zu stellen hat für andere Eigenschaften, die charakteristisch sind für eine gewisse Anwendung.

Welche Eigenschaften man an die genannten zuzufügen hat um vollständig orientiert zu sein, ist noch nicht eingehend bekannt, doch wohl ist zu sagen, dass die Kenntnisse von der Backfähigkeit der Kohle, der Reaktionsfähigkeit des Koksés und der Schmelz (Verflüssigungstemperatur) der Asche wichtig sind für das Betragen der Brennstoffe bei der Verbrennung.

Die Backfähigkeit der Kohle und die Reaktionsfähigkeit des Koksés sind nicht allein zu berücksichtigen bei der Herstellung von Koks, sondern sind auch wertvoll für den Kesselhausbetrieb.

Besonders bei Kesselroste mit Unterwind, wobei durch grosse Rostbelastung Flugstaub auftreten kann, ist Mischung von einer gewissen Kohlenart mit einer andern von gewisser Backfähigkeit notwendig um die Mischungsverhältnisse konstant zu behalten. Bei jedem neuen Brennstoff-Einkauf ist es also wünschenswert anzugeben, welche Backfähigkeit die Kohlen haben sollen. Da aber eine einheit-

liche Methode nicht besteht, kann man sich auf diesem Gebiete nicht gut verständlich machen.

Wiewohl von der Reaktionsfähigkeit des Kokes besonders die Rede ist bei metallurgischen Prozessen, kommt es auch vor, dass diese Eigenschaft in Erwägung gezogen werden muss beim Kesselhausbetrieb, da die grösste Zeit der Verbrennung die Brennstoffe als Koks verbrennen, nachdem die flüchtigen Bestandteile ausgetrieben sind. Es ist vorgekommen, dass beim Kettenrost die Kohlen mehr auf der Leichtverbrennlichkeit des Kokes eingekauft werden mussten als auf der Verbrennungswärme, da die erste Eigenschaft in höherer Masse eine grosse Wärmeentwicklung auf dem Rost garantierte als die letzte Eigenschaft und daher der Kessel höher beansprucht werden konnte.

In verschiedenen Ländern hat man versucht diese beiden Eigenschaften der Brennstoffe ins klare zu ziehen, wovon die technische Litteratur die Beweise geben kann und auch sind hier und dort Methoden entstanden um der Praxis zu Willen zu sein, doch diese Sache ist noch nicht im Stadium, dass die gefundenen Werte für den Handel zu gebrauchen sind.

Wenn man die Litteratur nachschlägt über die Untersuchungen nach der Backfähigkeit und Reaktionsfähigkeit der Brennstoffe, dann begegnet man den folgenden Eigenschaften, die bei der Herstellung von Koks Einfluss ausüben:

1. Die Beschaffenheit der Kohlensubstanz (möglich anzugeben durch Quantität Clairain, Vitrain, Durain und Fusain oder feste und flüssige Bitumen).
2. Anwesenheit, Kwantität und Beschaffenheit von fremden Stoffen.
3. Stückgrosse der Kohle, u. a. in Zusammenhang mit der Feinheit der unten 1 genannten Bestandteile und Dichtigkeit der Kohle.
4. Herstellungstemperatur.
5. Schnelligkeit, womit diese erreicht wird.

1. Dass dieser Einfluss bestehen muss, ist ab zu leiten aus der Tatsache, dass die verschiedenen Kohlenarten bestimmt werden durch die Backfähigkeit, die einigermassen parallel geht mit den bei Erhitzung ausgetriebenen flüchtigen Bestandteilen.

Die Backfähigkeit ändert sich mit dem Gehalt an flüchtigen Bestandteilen, so dass ihr Höchstwert erreicht wird bei Fettkohlen (20—25 % flüchtigen Bestandteilen) um bei Zunahme und Abnahme der flüchtigen Bestandteile zu minderen.

Von den, von Marie Stopes hervorgehobenen Bestandteilen, Clairain, Vitrain, Durain und Fusain, ist, durch Untersuchungen von Lessing bekannt, dass die fast aschenfreie Clairain und Vitrain die grösste Backfähigkeit besitzen, Durain diese Eigenschaft einigermassen hat und Fusain gar nicht.

Dazu muss erwähnt werden, dass von Kohlen mit demselben Gehalt an flüchtigen Bestandteilen, die, wovon der Sauerstoffgehalt am höchsten ist, die Backfähigkeit am geringsten ist.

Fischer, Broche und Strauch extrahierten einige Kohlen unter der Zerlegungstemperatur (310—370°C) näml. 285°C fünf bis acht mahl mit Benzol und fanden dass die Backfähigkeit der Kohle fast verschwand und sich verteilte über die beiden

Bestandteile, worin der Extrakt, durch Behandlung mit Petroleumaether zu spalten war. Der feste, unlösliche, sauerstoffreiche Teil behielt die Schwellfähigkeit; der flüssige, Kohlenwasserstoffreiche Teil behielt die Backfähigkeit.

Soweit es den Reinstoff anbelangt kann die Verbrennlichkeit im Zusammenhang stehen mit der geringen Quantität gasformiger Bestandteile (Wasserstoff und Sauerstoff), die der Koks besitzt, was Thörner, Simmersbach, Koppers und Schreiber befürworten, aber die Versuche von Sutcliff und Evans, Bähr, Broche, Shermann and Kinney und Rösli in Zweifel ziehen. Uebrigens kann nur die Kohlstoff-Modifikation im vollsten Sinn des Wortes von Einfluss sein.

Einige Untersucher sehen die schwierige Verbrennlichkeit an als Erfolg von dem Graphit-überzug, z.B. Sutcliff und Evans und Thau. Brassert dagegen ist der Meinung, dass dieser Ueberzug nur die Entzündungstemperatur beeinflusst.

Besonders Bähr deutet auf die Wichtigkeit der verschiedenen Kohlstoff Modifikationen und wird darin Beistand geleistet von Mezger und Pistor. Unserer Ansicht nach deuten sie hier nicht allein an die spezifisch chemischen Modifikationen doch meinen auch die, welche entstanden sind durch Unterschied in Microstruktur des Kokes, aufgebaut aus einer bestimmten chemischen Modifikation. Sie bringen hierbei hervor den Parallelismus von Verbrennlichkeit und Härte, womit sie die letzte als Faktor ausschalten wollen. Für die Verbrennlichkeit des Kokes wird von vielen Forschern die Art der Kohle verantwortlich gemacht, wie von Thau, Koppers, Brassert und Diepschlag.

2. Die Anwesenheit von fremden Stoffen ist nach einigen Untersuchern, u. a. Lessing von grosser Wichtigkeit für das Vermögen Koks her zu stellen. Er untersuchte die Backfähigkeit der vier Hauptbestandteile; zu Aufklärung machte er Versuche mit Kohlen in Gegenwart von Asche von bestimmter Qualität und Quantität und stellte ansehnliche Unterschiede fest hinsichtlich Koksausbeute und Teermenge.

Auch die Verbrennlichkeit des Kokes zeigt grosse Unterschiede durch fremde Stoffe, nicht allein wenn besonders durch geschmolzene Asche die verbrennlichen Bestandteile der Brennstoffe bedeckt sind, doch auch nach einigen Forschern durch katalytische Einflüsse.

Bähr fand starke Zunahme der Reaktionsfähigkeit durch Beifügung von Eisen, Mangan und Kupfer, wass andere nicht bestätigen können.

Marson und Cobb fanden höhere Reaktionsfähigkeit des Kokes beim Vergasen von einer Mischung von Kohle mit Kalk, Eisenoxyde und Soda, aber auch Beifügung von Soda beim Koks konnte die Aktivität erhöhen.

Die Beifügung fremder Stoffe kann auch stattfinden in groberer Form und erleichtert dann die Entgasung, sodass das Blähen vermindert.

Besonders im Laboratorium sind derartige Versuche gemacht um das beim Erhitzung lästige Blähen, dass den Charakter des Kokes ändert, zu mindern um in dieser Weise die Backfähigkeit besser zu vergleichen. Einige Untersucher benutzen dabei Sand, andere Anthrazit (nach dem Vorgang von Dunn) Kokspulver (von Boné) u. s. w.

Von verschiedenen Seiten wurde hingewiesen auf den Einfluss der Stückgrösse des Zuschlages, u. a. von Sinnat und Grounds und von Kreulen, welcher letzte die Untersuchungen von Badarau, Tideswell und Sainte-Claire Deville ausbreitete für verschiedene Korngrössen von Graphit und Sand.

Wir sind geneigt die beeinflussenden Faktoren, wie Audibert diese angibt, als die richtigen zu nennen: Beschaffenheit der Kohle, Feinheit der Kohle, Feinheit der inerten Stoffe, scheinbare Dichtheit der Mischung und Schnelligkeit der Erhitzung.

3. Die kleine Korngrösse der Kohle und die grössere Dichtheit der Füllung von dem Destillationsraum bringen das Koksformend Vermögen und die Backfähigkeit in günstiger Lage, da die stark backenden und nicht backenden Bestandteile dann innig gemischt sind. So bekommt man durch Mahlen und Stampfen oft einen dichten und homogenen Koks, mit grosser Widerstandsfähigkeit gegen Druck und Reibung.

Auch die Verbrennlichkeit hängt ab von der Korngrösse, weil die der Verbrennungsluft ausgesetzte Oberfläche bei kleinerer Korngrösse grösser ist, weiter auch von der Beschaffenheit des Korns.

4. Die Herstellungstemperatur unten $\pm 900^{\circ}\text{C}$. ist von Einfluss auf der Koksart; oben dieser Temperatur, wobei der grösste Teil der gasförmigen Produkte ausgetrieben ist, ist der Unterschied in Koksart bei verschiedenen Temperaturen nicht merkbar, wie hervorgeht aus einer grossen Anzahl Versuche und worauf besonders Mezger und Pistor gedeutet haben.

Eine andere Frage ist ob die Hochtemperaturkokse bei verschiedenen Temperaturen hergestellt, bei der praktischen Verwendung grosse Unterschiede zeigen.

Die Versuche u. a. von Shermann und Mitarbeiter geben hierauf keine einwandfreie Auskunft.

5. Die Schnelligkeit, womit die Herstellungstemperatur erreicht wird ist von grossem Einfluss auf der Koksbildung. Viele Forscher, vor allem Mott, Foxwell und Audibert haben nachdrücklich darauf gewiesen, dass Koksbildung bei schneller Erhitzung keine Auskunft gibt für die bei langsamer Erhitzung, wie in der Praxis nur möglich ist. Schon aus Laboratoriumversuchen (und wohl bei Vergleichung zwischen die „Blähprobe“ und die Bestimmung der flüchtigen Bestandteile) ist es bekannt, dass bei der ersten Methode, wobei die Flamme eine weit niedriger Temperatur hat als bei der zweiten und infolgedessen der Koks langsamer vorgewärmt wird, dieser Koks oft mehr gebläht ist, oder weniger gebacken als bei schneller Erhitzung. Sehr annehmlich ist die Erklärung von Audibert zufolge seiner Wahrnehmungen und bekräftigt durch Untersuchungen von Fischer und Broche. Er fand nämlich dass die Temperatur (Tr), worauf die Kohlen plastisch werden bei schneller Erhitzung liegt zwischen 325° und 450°C .

Deutliche Gasentwicklung z.B. zwischen 375° — 500°C . findet statt bei einer anderen Temperatur.

Bei einer Gruppe Kohlen, die er untersuchte, befand sich die Temperatur, wobei die erste Gasentwicklung stattfindet, stets unter Tr., mit der Folge, dass die

Beschaffenheit dieser Kohlen sich änderte bevor die Temperatur T_r (Temperatur von plastisch werden), erreicht wurde, sodass diese Kohlen, wenn sie langsam erhitzt wurden, bei höherer Temperatur plastisch wurden; so war es möglich dass einige Kohlenarten dann nicht mehr backten.

In der Praxis ist die Schnelligkeit der Erhitzung ungefähr 1°C per Minute; um die Praxis zu imitieren, muss diese Schnelligkeit beibehalten werden.

Ich meine, dass schon aus dieser kurzen Uebersicht hervorgeht, dass an einer guten Methode zur Bestimmung der Backfähigkeit und Reaktionsfähigkeit, grosse Schwierigkeiten verbunden sind. Es ist dann auch erklärlich dass Fischer und andren die Extraktion aus diesem Grund einen Gewinn nennen. Jedoch muss hervorgehoben werden, dass wenn sie nicht notwendig ist, die Extraktion als Methode für das Handelslaboratorium zu weitläufig ist.

Eine Schwierigkeit für die Bestimmung beider Eigenschaften ist der Einfluss der Korngrösse des Brennstoffes.

Werden die Kohlen nicht gesiebt, dann gibt die Verschiedenheit der Korngrösse viele Beschwerde; werden die Kohlen wohl gesiebt, dann ist es möglich, dass das Muster nicht mehr gleichartig ist mit dem ursprünglichen Brennstoff, worauf verschiedene Untersucher wie Sinnat, Kattwinkel und Kreulen gewiesen haben.

Gehen wir nach, welche Methoden zur Bestimmung der *Backfähigkeit* vorgeschlagen sind und auch hier und dort Eingang gefunden haben, dann ist zu erwähnen:

1e. Die Methode von Campredon, wobei Kohle und Sand auf gewissere Feinheit gemahlen werden und in verschiedenen Mengverhältnissen verkokst werden. Die Backfähigkeit wird angegeben durch das Gewichtverhältniss von Sand zu Kohle, wobei noch Bildung von zusammenhängendem Koks stattfindet. Meurice hatte schon darauf gewiesen, dass diese Methode sehr subjektiv war und dass der gebildete Koks auf eine bestimmte Weise geprüft werden musste, z.B. durch fallen lassen von einer Höhe von 16 cM, wobei er nur in einzelnen Stücken zerbrechen dürfte. Später fand er, dass auch die Quantität der nicht gebundenen Mischung von Wichtigkeit war.

2e. Dunn benutzte statt Sand, dass mit der Koksasche Schmelzerscheinungen geben konnte, Anthrazit.

3e. Gray benutzte Sand, da die andren Zuschläge porös sind und sich hinsichtlich verschiedener Kohlen verschiedend benehmen. Er bestimmte die Menge Sand, wobei der gebildete Koks ein Gewicht von 500 Gram tragen konnte, indem der ungebakene Rest weniger war als 5%. Bei Schottischen Kohlen gab diese Methode gute Uebereinstimmung mit der Praxis.

4e. Meurice schlägt vor Kohlen und Sand auf bestimmter Korngrösse zu halten, die Erhitzungsweise und Tiegel fest zu stellen und als „Backindex“ zu nehmen die bei 1 Gr. Kohlen zugemischte Sandmenge, wobei es möglich ist Koks zu bekommen von einer Druckfestigkeit von 5 Kg pro cM^2 , indem der ungebundene Rest nicht höher ist als 1 Gram. Später hat er als Kokungsindex eingeführt die Grossheit, erhalten durch das Produkt von Druckfestigkeit und Sandteilen (dass er für 1 Gram

Kohle unveränderlich auf 17 annimt) zu teilen durch das Gewicht von ungebundenem Gemisch.

5e. Sainte Claire-Deville fand mit derselben Methode auch gute Uebereinstimmung für von ihm untersuchten Kohlen, doch schlägt daneben vor eine Kurve zu bestimmen, wie nebst erselbst, auch Badareau und Tideswell aussetzen. Hierbei wird die Druckfestigkeit des Koks bezogen auf die Zusammenstellung der Mischung; auch Burdekin untersuchte eine ähnliche Methode, wobei er dazu die Schnelligkeit der Temperaturerhöhung änderte.

6e. Foxwell schlägt vor die Kohlen bei Temperaturerhöhung zu untersuchen nach dem Widerstand welchen sie einem Gasstrom leisten, wobei die Schnelligkeit womit die Temperatur erhöht wird, im Einklang ist mit der Praxis.

7e. Audibert verkokset die Kohlen so viel wie möglich als in der Praxis stattfindet und bestimmt die Druckfestigkeit.

REAKTIONSFÄHIGKEIT

Die Bestimmung der Reaktionsfähigkeit ist bisher fast nur für Forschungszwecke benutzt worden und nicht als Handelsprobe für den Kohleneinkauf. Infolgedessen sind viele der publizierten Methoden für Massenbestimmung zu kompliziert. Nur Mezger und Pistor haben zielbewusst eine Handelsprobe ausgearbeitet, welche nach Ihnen den mit Recht gestellten Anforderungen von Genauigkeit, Reproduzierbarkeit, Einfachheit, Schnelligkeit und Zweckmässigkeit der Resultate entspricht.

Ausser den nicht vollständig beschriebenen oder ausgearbeiteten Methoden oder Vorschlägen von Bell, Thörner, Wüst, Le Chatelier, Mathesius und Korevaar, welche mehr Annäherungs-Methoden gaben, sind folgende mehr genaue Versuchsanordnungen beschrieben.

1. Bunte und Kölmel bestimmten mit einer genau umschriebenen Arbeitsweise die Endzündungstemperaturen mit Luft als Reagens.

2. Bunte und Fitz bestimmten ebenso die Absorptionsfähigkeit gegenüber Kohlensäure und Wasserstoff, dabei von der Voraussetzung ausgehend, dass die Reaktionsfähigkeit von der Absorptionsfähigkeit abhängen sollte. Wirklich zeigt sich auch bei ihren Versuchen ein Parallelismus zwischen beiden Erscheinungen bei einigen stark auseinandergehenden Koksarten.

3. Rösli benutzte auch Luft zur Bestimmung der Reaktionsfähigkeit aber bestimmte den Endzündungspunkt nur annähernd, und hauptsächlich die Kohlensäurebildung als Funktion der Temperatur.

4. Fischer, Breuer und Broche stellten das Reaktionsvermögen gegenüber Kohlensäure fest, besonders die Temperatur bei welcher die erste Kohlenoxydbildung auftrat.

5. Koppers nahm als Messgrösse das bei 950°C. gebildete Teilquantum Kohlenoxyd, in einer ebenso genau angegebenen Versuchsanordnung bestimmt.

6. Häusser und Bestehorn bestimmen wie Koppers das Verhältnis CO_2 : CO

durch verschiedene Koksarten verursacht, haben aber der Apparatur eine mehr technische Form gegeben. Sie benutzen einen Versuchsgenerator mit Koks in technischer Körnung beschickt und arbeiten mit Unterwind.

7. Diese Methode ist der des Amerikanischen *Bureau of Mines* sehr ähnlich. Diese bestimmt aber die Gaszusammensetzung in der ganzen Koksschicht und stellt sie dar als Funktion von der Höhe in dieser Schicht.

8. Bähr benutzt auch keine neue Methode, vereinigt aber in einer vervollständigten aber dadurch ziemlich verwickelten Apparatur die Methoden von Fischer, Bunte und Koppers und bestimmt die Temperatur vom Reaktionsanfang gegenüber Luft und Kohlensäure, sowie die Reaktionsgeschwindigkeit bei 950°C mit CO₂.

9. Marson und Cobb, sowie

10. Brender à Brandis und Le Nobel bestimmten die Reaktionsfähigkeit von Koks gegenüber Wasserdampf.

11. Mezger und Pistor haben mit einfachen Mitteln die störenden Einflüsse aus einer einfach aufgestellten Versuchsanordnung zu beseitigen verstanden.

Sie wägen 0,2 Gram Koks ab, welcher so sorgfältig gebrochen ist, dass bei dem unbedingt notwendigen Sieben zwischen den Phosphorbronze-sieben Nos. 200 & 250 nur ein ganz kleiner Teil abfällt.

Dieser Koks wird in einem Quarzschiffchen in einen auf der gewünschten Temperatur einregulierten elektrischen Ofen geschoben, wodurch ein genau eingestellter Luftstrom streicht. Nach 10 Minuten auf der Sekunde eingehalten wird das Schiffchen in ein mit Stickstoff gefülltes Kästchen gezogen und nach abkühlen gewogen.

Wenn wir zurückblicken auf was ich Ihnen nur sehr oberflächlich mitgeteilt habe dann hat man den Eindruck, dass man mit den praktischen Methoden zur Untersuchung der Backfähigkeit eine gute Strecke weiter ist als mit den für die Reaktionsfähigkeit.

Hinsichtlich der Backfähigkeit ist es vielleicht möglich weiter zu arbeiten nach der Methode von Meurice, welche noch nicht ohne weiterem eingeführt werden kann, aber in der Zukunft mit einigen Abänderungen als einheitliche Methode in Betracht genommen werden kann.

Wiewohl Mezger und Pistor für die Reaktionsfähigkeit des Kokes eine einfache Versuchsanordnung dargestellt haben, sind wir über die Reproduzierbarkeit noch nicht sicher, da nur die Resultate von einem Versuchslaboratorium bekannt sind im Gegensatz mit der Methode zur Bestimmung der Backfähigkeit von Meurice, welche mit gutem Erfolg auch Anwendung gefunden hat bei Sainte-Claire Deville, indem Gray mit einer derartigen Methode auch gute Erfolge bekommen hat.

Für die Reaktionsfähigkeit des Kokes sollten deshalb mehrere Schritte gethan werden müssen auf den Wissenschaftlichen Wegen um zum Ziel zu gelangen.

Zum Schluss kann der Wunsch ausgesprochen werden beide Untersuchungs-methoden in die Zukunft einheitlich fest zu stellen, da der Brennstoffhandel deren dringendst bedürft.

DISCUSSION

Mr. W. H. FULWEILER, Philadelphia

would ask Dr. F. C. Wirtz if he has had any experience with a test to determine the swelling of the coal by determining the amount of finely poured retort carbon that must be added to the coal when heated to 850° C in a quarter tube. An indicator is attached to magnify the movement. We have found this test of considerable value for certain purposes.

Dr. F. C. WIRTZ

The only test I know which can determine the swelling of coal is that of Lessing, who placed the coke in a tube, put a weight upon the coke and in this way measured the swelling.

NEUERE GESICHTSPUNKTE ÜBER DIE AUSFÜHRUNG VON BRENNSTOFFUNTERSUCHUNGEN

von

PROF. DR. P. SCHLÄPFER

Zürich

Vorbemerkung. In Europa wurde in den Verbänden für Materialprüfungen in der Technik bis heute nur wenig über die Untersuchung von Brenn- und Kraftstoffen gearbeitet. Dagegen kam dieses Prüfgebiet an den Tagungen der Wärmeingenieure, besonders aber in chemischen Gesellschaften zur Sprache. Ich erinnere auch daran, dass die Union Internationale pour la Chimie pure et appliquée Kommissionen für feste und flüssige Brennstoffe ernannt hat. In manchen Ländern bestehen besondere Fachgruppen für Brennstoffe, die meist Untersektionen chemischer Fachorganisationen bilden. In Amerika hat sich die Society of Testing Materials dieses Untersuchungsgebietes angenommen. Aus diesem Grunde ist die Standardisierung der Prüfmethoden in den Vereinigten Staaten weiter fortgeschritten als in Europa.

Um möglichst bald zu international anerkannten Prüfmethoden zu kommen, dürfte es sich daher empfehlen, wenigstens die erprobten amerikanischen Vorschriften für die Untersuchung von Brennstoffen zu übernehmen. Ferner wird es notwendig sein, mit den bereits bestehenden Fachorganisationen Fühlung zu nehmen, um die Weiterarbeit nach einheitlichen Richtlinien an die Hand zu nehmen. Ich stelle mir vor, dass der internationale Verband für die Materialprüfungen in der Technik sich zunächst mit Arbeiten zu befassen haben wird, welche die Untersuchung und Charakterisierung von Brennstoffen nach einheitlichen Gesichtspunkten für bestimmte Verwendungszwecke zum Ziele haben. Chemische und physikalisch-chemische Untersuchungen, die zum Zwecke der bessern Auswertung fossiler Brennstoffe vorgenommen werden, fallen weniger in das Arbeitsgebiet der Verbände für Materialprüfungen in der Technik. Solche Arbeiten werden wohl auch in Zukunft mehr in chemischen Gesellschaften diskutiert werden. Sie erfordern aber ebenfalls die Zusammenarbeit zwischen Materialprüfern und andern, in Betracht kommenden Ingenieuren und Chemikern.

Die Bewertung der Brennstoffe auf Grund bestimmter Untersuchungsergebnisse findet immer mehr Verbreitung. Die internationale Standardisierung der Prüfmethoden erweist sich besonders dann als notwendig, wenn der Brennstoffproduz-

ent nicht zugleich Verbraucher ist. Die amtliche Brennstoffkontrolle hat sich im letzten Jahrzehnt daher vorwiegend in denjenigen Ländern allgemeiner eingebürgert, die nicht über eigene Brennstoffvorkommen verfügen, sondern auf den Bezug ausländischen Materials angewiesen sind, z.B. in Schweden und in der Schweiz. Der Mangel an allgemein anerkannten Prüfmethode wird gerade dort oft unangenehm empfunden.

* * *

Meine heutigen Ausführungen beziehen sich auf Methoden, die zur Untersuchung der für feuerungstechnische Zwecke bestimmten Brennstoffe angewendet werden. Ich sehe von der genauen Beschreibung der Prüfverfahren ab und beschränke mich auf die Diskussion der mir bei einzelnen Prüfmethode wichtig scheinenden Punkte. Ferner versuche ich, einige erst in den letzten Jahren in Vorschlag gebrachte Untersuchungsverfahren auf ihre Anwendbarkeit zur Charakterisierung von Brennstoffen zu beleuchten. Es erübrigt sich dagegen, auf jene Prüfmethode einzugehen, die zur Betriebskontrolle in Fabriken vielfach verwendet werden, obschon sie nur Näherungswerte geben. Ich übergehe auch das wichtige Gebiet der Brennstoffprobenahme, da es von anderer Seite behandelt worden ist.

In vielen Laboratorien ist es noch üblich, die Brennstoffproben im wasserfreiem Zustand zu untersuchen. Nach unsern Erfahrungen ist es zweckmässiger, die Analysen mit lufttrocken gemachtem Material auszuführen, denn der Feuchtigkeitsgehalt solcher Proben ändert sich verhältnismässig wenig, sodass die Manipulationen erleichtert werden. Arbeitet man dagegen mit vollständig trockenem Material, so bietet schon das Abwägen seiner hygroskopischen Eigenschaften wegen oft Schwierigkeiten.

Für amtliche Kontrollzwecke genügt sehr oft die *Immediatanalyse* (Bestimmung des Wasser- und Aschengehaltes, des fixen Kohlenstoffes und der flüchtigen Bestandteile) in Verbindung mit der *Heizwertbestimmung* in der kalorimetrischen Bombe.

Es empfiehlt sich, die Brennstoffe für die Ausführung dieser Untersuchungen auf einen bestimmten Feinheitsgrad zu mahlen. Wenn die Zerkleinerung der Brennstoffproben von Hand oder mit kleinen Laboratoriumsmühlen vorgenommen wird, sibt man das Mahlgut vielfach aus. Dieses Verfahren kann zu sehr grossen Fehlern führen, besonders wenn aschenreiche Brennstoffe vorliegen und man mit unbedeckten Sieben arbeitet. Am besten ist es, wenn man die ganzen lufttrockenen Brennstoffproben fein mahlt und die Durchschnittsprobe für die Analyse erst aus dem Mahlgut entnimmt.

Die Bestimmung des *Aschengehaltes* ist sehr einfach. Bei genauen Untersuchungen ist es aber notwendig, auch den Karbonatkohlensäuregehalt der Brennstoffe zu bestimmen und die Schwefelaufnahme durch die Kohlenasche bei der Auswertung der Resultate mitzubersichtigen.

Die Bestimmung des *Feuchtigkeitsgehaltes* sollte nicht durch Differenzwägung

(Trocknen im Trockenschrank unter Luftzutritt) vorgenommen werden, wenn die Brennstoffe mehr als 2% Wasser im lufttrockenen Zustande enthalten, weil die Analysenfehler dann zu gross werden können. Manchmal ist es notwendig, die direkte Wasserbestimmung sogar bei noch wasserärmeren Brennstoffen in einer sauerstofffreien Atmosphäre auszuführen. Nach unsern Erfahrungen eignet sich hierfür die Xylolmethode sehr gut, wenn sie richtig gehandhabt wird.

Die Bestimmung der *flüchtigen Bestandteile* ist in Europa leider noch nicht vereinheitlicht worden. Am internationalen Kongress für angewandte Chemie in London 1909 wurde die sogen. amerikanische Bestimmungsmethode als bindend angenommen. Dieser Beschluss scheint aber in Vergessenheit geraten zu sein. Ich halte es für sehr notwendig, die in jüngster Zeit in Vorschlag gebrachten Methoden zur Bestimmung der flüchtigen Bestandteile einer vergleichenden Prüfung zu unterziehen, um ihre Vor- und Nachteile feststellen zu können. Es sollte möglich sein, sich bald auf eine Einheitsmethode zu einigen. Bei der Prüfung der Methoden soll der Einfluss der Korngrösse, der Entgasungsgeschwindigkeit bei verschiedener Einwage und Temperatur, sowie der Grösse und des Materials des Tiegels u.s.w. studiert werden. Es wäre auch zu untersuchen, ob die Verkokung über freier Flamme oder in einer Muffel vorgenommen werden soll.

Die *Backfähigkeit* der Brennstoffe spielt in manchen Fällen eine wichtige Rolle, und die Versuche zur Schaffung einer brauchbaren Laboratoriumsmethode für die rasche und einigermaßen sichere Ermittlung der Backfähigkeit eines Brennstoffes sollten fortgesetzt werden.

Schon heute sollte man in Analysenberichten das *Aussehen des Verkokungsrückstandes* genau vermerken, denn der Sachverständige kann daraus Schlüsse über das Verhalten des Brennstoffes im Feuer ziehen, besonders wenn er auch Angaben über die Beschaffenheit und die physikalischen Eigenschaften (Härte, Spaltbarkeit, Schiefergehalt u.s.w.) des untersuchten Brennstoffes besitzt. Es ist darum empfehlenswert, das Aussehen der zur Prüfung eingesandten Brennstoffproben zu vermerken.

Da die Brennstoffuntersuchungen heute noch sehr oft von Chemikern ausgeführt werden, die keine feuerungstechnischen Erfahrungen besitzen, ist es verständlich, wenn sie diese praktisch ungemein wichtigen Angaben in den Analysenberichten selten anführen. Wenn letztere für den praktischen Gebrauch möglichst zweckdienlich sein sollen, so sind solche Angaben erforderlich. Bei der Normung der Brennstoffuntersuchung ist daran zu denken, Richtlinien für die einheitliche Bezeichnung des Aussehens der Koksrückstände aufzustellen. Grundlagen hierfür haben Muck, Gruner u. a. geschaffen.

Wenn man die *Heizwertbestimmung* ausführt, so soll dies ausschliesslich in der kalorimetrischen Bombe geschehen. Dabei wird vorausgesetzt, dass die Messungen durch fachmännisch geschultes Personal und mit richtig geeichten Apparaten ausgeführt werden. Man begegnet immer noch Attesten, die nicht jeder Kritik standhalten. Wenn man nicht über gute kalorimetrische Einrichtungen und ausreichend geübtes Personal verfügt, ist es besser, den Heizwert der Brennstoffe aus der Im-

mediatanalyse zu berechnen. Da die Verbrennungswärme der wasser- und aschenfreien Substanz eine Funktion der flüchtigen Bestandteile und des disponiblen Wasserstoffes ist, können diese Beziehungen für die Aufstellung von Formeln zur näherungsweise Berechnung des Heizwertes unter Einbeziehung des Wasser- und Aschengehaltes eines Brennstoffes verwendet werden.

Da der untere Heizwert (Verbrennungsprodukte: gasförmige Kohlensäure und dampfförmiges Wasser) für die Feuerungstechnik auch heute noch Bedeutung hat, ist anzustreben, dass in Untersuchungsberichten der obere und der untere Heizwert angegeben werden. Da hierfür die Verdampfungswärme des Verbrennungswassers bekannt sein muss, ist für genaue Analysen eine Wasserstoffbestimmung im Brennstoffe notwendig. Man kann aber das Verbrennungswasser als Funktion der flüchtigen Bestandteile oder unter Zuhilfenahme anderer Beziehungen berechnen. Bei der Normung der Brennstoffuntersuchungen wird man sich darüber schlüssig werden müssen, welche Verfahren zur rechnerischen Ermittlung der Verdampfungswärme zulässig erklärt werden sollen. Dabei ist zu beachten, dass die berechneten Verdampfungswärmen nicht mehr als ± 10 WE. vom wahren Werte abweichen sollen.

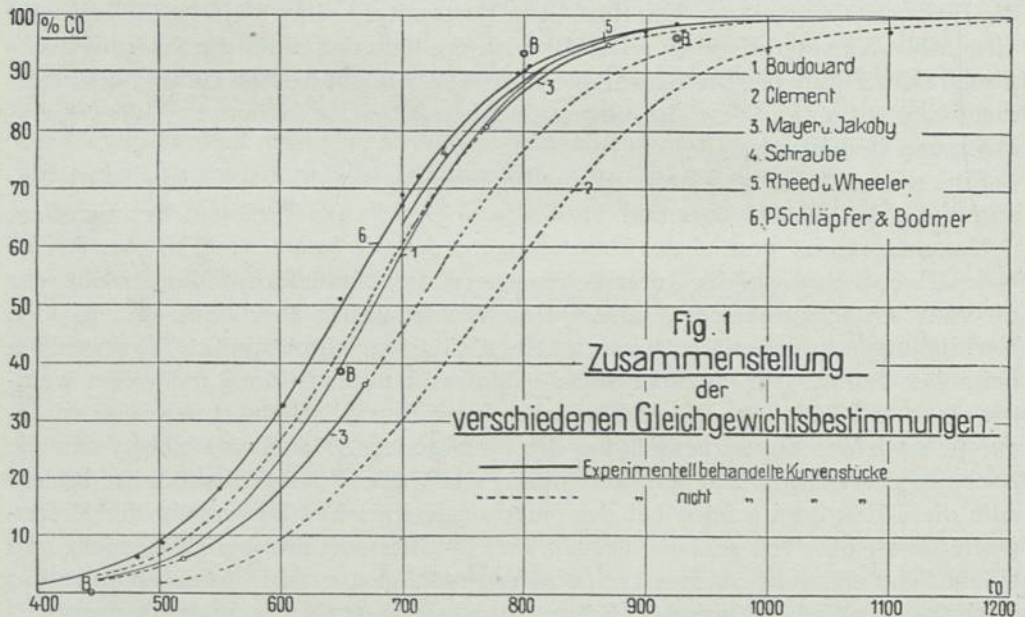
Es ist wünschenswert, dass bei wissenschaftlichen Brennstoffprüfungen und auch bei feuerungstechnischen Versuchen stets die *Elementaranalyse* der Brennstoffe mit Sorgfalt ausgeführt wird. Die *Elementarzusammensetzung der wasser- und aschenfreien Substanz* bildet auch heute noch ein sehr gutes Charakteristikum für die Brennstoffbeurteilung. Die flüchtigen Bestandteile eines Brennstoffes und der disponible Wasserstoff geben z.B. sehr wichtige Unterlagen für die feuerungstechnische Beurteilung der Brennstoffe. Ich verweise z.B. auf die Berechnung des Flammenvolumens u.s.w. Diese Unterlagen sind gerade bei den modernen Feuerungsanlagen von Bedeutung.

Eine weitere wichtige Untersuchung für feuerungstechnische Zwecke ist die Bestimmung des *Zündpunktes* und der *Entgasungsgeschwindigkeit* von Brennstoffen.

Mancherorts ist man dazu übergegangen, das *Verhalten der Kohlenaschen bei hohen Temperaturen* in die Untersuchungsberichte aufzunehmen. Man spricht sehr oft vom Schmelzpunkt der Asche. Da die Kohlenaschen aber keine einheitlichen Verbindungen sind, besitzen sie auch keinen scharfen Schmelzpunkt. Sie erweichen bei hoher Temperatur vielmehr verschieden rasch unter Bildung mehr oder weniger viskoser Schmelzen. Dieses Erweichen kann allmählich oder stufenweise erfolgen, je nach der Zusammensetzung der Kohlenasche. Manchmal blähen sich die Aschen auf, weil sich beim Schmelzvorgang gasförmige Reaktionsprodukte bilden. Alle diese Faktoren spielen bei der feuerungstechnischen Bewertung der Brennstoffe eine Rolle. Ich schlage deshalb vor, in Untersuchungsberichten nicht von einem Schmelzpunkt zu sprechen, sondern möglichst genaue Angaben über das Verhalten der Asche während des Schmelzprozesses unter Nennung der Temperaturen zu machen. Wenn man zuverlässige Untersuchungen ausführen will, aus denen der Praktiker Nutzen ziehen kann, so muss die Einwirkung der Kohlenasche auf das feuerfeste Material, welches bei der Auskleidung der Gewölbe etc. benutzt wird-

en soll, studiert werden. Es wurden in meinem Laboratorium eine grosse Zahl derartiger Untersuchungen ausgeführt und Resultate erhalten, die vom Praktiker mit Nutzen verwertet werden konnten. Selbstverständlich können solche Untersuchungen nicht mit allen Brennstoffproben ausgeführt werden; wenn man aber Brennstoffe ausreichend charakterisieren will, so ist diese Untersuchung notwendig. Es wird Sache der zukünftigen Normung sein, Untersuchungsapparaturen, welche reproduzierbare Werte liefern, vorzuschlagen.

In den letzten Jahren stand die *Reaktionsfähigkeit* (neuerdings wird von Prof. Agde Stuttgart der Ausdruck *Reduzierbarkeit* vorgeschlagen) verkokter Brennstoffe in Diskussion. Man hat sich bis heute noch nicht auf eine einheitliche Untersuchungsmethode geeinigt. Ebenso ist ihre feuerungstechnische Bedeutung noch sehr umstritten. Es steht fest, dass die Reaktionsfähigkeit verkokter Brennstoffe sehr verschieden ist. Ich verstehe unter Reaktionsfähigkeit die Geschwindigkeit, mit der sich der, in bestimmter Körnung unter den gewählten Versuchsbedingungen zur Prüfung kommende feste Brennstoff mit dem verwendeten Gas (Sauerstoff, Luft oder Kohlensäure) in Kohlenoxyd und Kohlensäure umsetzt bei einer bestimmten Reaktionstemperatur, mit andern Worten, man bestimmt den Quotienten zwischen dem, der Reaktionstemperatur zugeordneten Kohlensäure-Kohlenoxydgleichgewicht und dem mit dem zu prüfenden Brennstoff erreichten Verhältnis von Kohlendioxyd zu Kohlenoxyd. Für die Durchführung der Untersuchungen sind verschiedene Wege eingeschlagen worden. Man bestimmte z.B. die Tempera-



tur, bei der die ersten Reaktionsprodukte (Kohlensäure beim Ueberleiten von Sauerstoff oder Kohlenoxyd beim Ueberleiten von Kohlensäure) auftraten. Man mass ferner das Verhältnis zwischen Kohlensäure und Kohlenoxyd bei einer be-

stimmten Reaktionstemperatur oder verfolgte die Aenderung der Gaszusammensetzung bei fortlaufend steigender Temperatur. Auf alle Fälle ist die Kenntnis des Kohlensäure-Kohlenoxydgleichgewichtes wichtig. Ich habe deshalb mit meinem Mitarbeiter Dr. G. Bodmer eine Neubestimmung des *Kohlensäure-Kohlenoxydgleichgewichtes* vorgenommen im Temperaturbereich von 480 bis 1200° C.

In *Fig. 1* habe ich die erhaltenen Zahlenwerte als Kurve 6 wiedergegeben, während die übrigen Kurven die früher gefundenen Werte darstellen. Die Bestimmungen wurden im geschlossenen Rohr ausgeführt.

Dass verschiedenartige, entgaste Brennstoffe sehr wechselnde Reaktionsfähigkeit aufweisen, zeigen die nachfolgenden Diagramme. Wir haben folgende entgaste Brennstoffe einer vergleichenden Untersuchung unterzogen:

1. Eine Buchenholzkohle mit 3,7% Asche und 13,9% flüchtigen Bestandteilen.
2. Ein aschenreicher Zechenkoks französischer Provenienz, der von einer schweizerischen Firma für Giessereizwecke als sehr schlecht bezeichnet worden war. Es war dies ein dunkelgrauer, matter, leicht abreibbarer Koks, von schieferigen Einlagerungen und Rostflecken durchsetzt. Aschengehalt 14%.

3. Ein stengeliger spezifisch schwerer Ruhrzechenkoks aus der Zeche „Prosper“ mit glänzenden Bruchflächen und 8,4% Asche.

4. Grauglänzender, hart klingender Methankohlenstoff mit perlenartiger Oberfläche. Aschengehalt 0,2%. Das Material war teilweise als Kristallblumen ausgebildet und stellenweise von mattem, schwarzem Kohlenstoff überzogen, wie er sich aus dem Aethylen abscheidet. Diese Stellen wurden möglichst ausgeschieden.

In der *Fig. 2* ist der Reaktionsverlauf der Kohlensäurereduktion bei 30 Min. Einwirkung bei Temperaturen von 800, 900 und 1000° C. graphisch dargestellt.

Die Reaktionsgeschwindigkeit nimmt, wie aus den Kurven deutlich erkennbar ist, mit steigender Temperatur sehr rasch zu. Schon bei 1000° C. sind die Unterschiede zwischen Buchenholzkohle und den beiden Zechenkokssorten nicht mehr gross; nur der graphitische, aus Methan gewonnene Kohlenstoff erweist sich auch bei hohen Temperaturen als reaktionsträg. Dieses Verhalten macht es verständlich, dass von gewissen Forschern erklärt wird, die Bestimmung der Reaktionsfähigkeit habe keine grosse praktische Bedeutung. Sie haben Reaktionen bei sehr hohen Temperaturen, wie sie sich z.B. im Rast von Hochöfen abspielen im Auge. Bei diesen Verhältnissen weisen verschiedene Kokssorten nur noch geringe Unter-

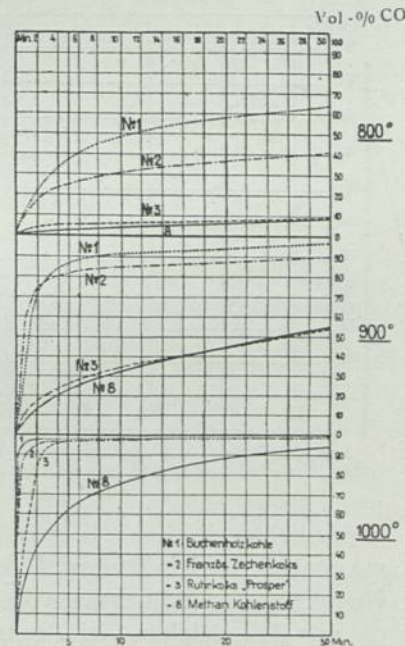


FIG. 2, Verlauf der Kohlensäurereduktion in ruhendem Gas bei, 800, 900 und 1000° C.

schiede auf. Bei niedrigeren Temperaturen aber kommt die verschiedene Reaktionsfähigkeit der verwendeten entgasten Brennstoffe mehr zum Ausdruck. Sie wird natürlich auch von andern Faktoren, wie z.B. der Korngrösse, wesentlich beeinflusst. Wenn man den Reaktionsverlauf bei verschiedenen Temperaturen bestimmt und die erhaltenen Resultate graphisch darstellt, so erkennt man katalytische Einflüsse, z. B. durch die Asche am Ueberschneiden der Kurven. Es ist darum auch zu erwägen, ob man die Bestimmung der Reaktionsfähigkeit bei einer einzigen Temperatur als ausreichend zur Charakterisierung eines Brennstoffes betrachten will.

Für die laboratoriumsmässige Bestimmung der Reaktionsfähigkeit ist das Arbeiten mit strömenden Gasen bequemer. Man erhält dabei Resultate, die sich mit den, in ruhender Gasphase gewonnenen Ergebnissen vergleichen lassen. Dies ist deutlich erkennbar, wenn man die *Fig. 3 und 4* mit einander vergleicht, wo die Reaktionsfähigkeit der gleichen Brennstoffe in einer ruhenden Kohlensäurephase einerseits und in strömender Kohlensäure andererseits als Funktion der Temperatur dargestellt ist.

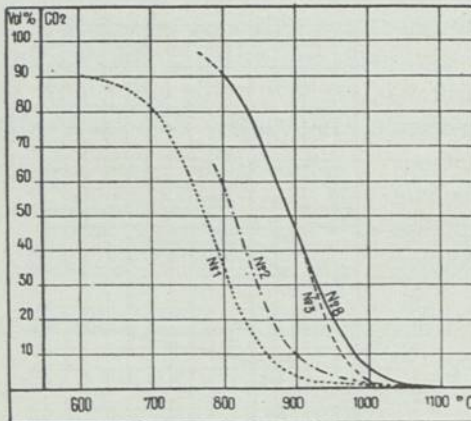


FIG. 3. Verlauf der Kohlensäurereduktion in ruhendem Gas.

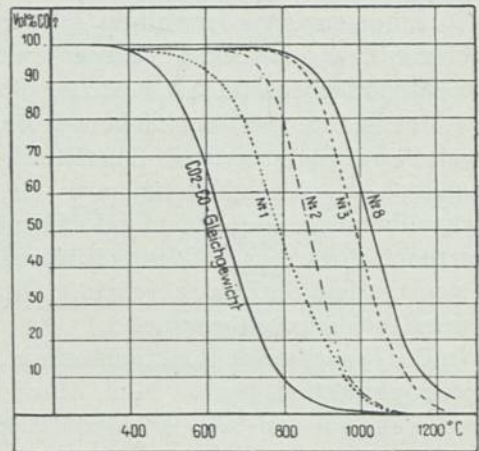


FIG. 4. Verlauf der Kohlensäurereduktion in strömendem Gas.

Ähnlich verlaufende Kurvenäste erhielten wir beim Arbeiten im Luftstrom. Der maximale Kohlensäuregehalt beträgt in diesem Falle nur etwas über 20%. Die Reduktion des Kohlendioxydes setzt mit der Umkehr der Kurve ein. In *Fig. 5* sind die mit den gleichen vier Brennstoffen erhaltenen Resultate wiedergegeben.

Diese wenigen Mitteilungen bilden einen Auszug aus unsern zahlreichen Untersuchungen über die Reaktionsfähigkeit verkokter Brennstoffe. Ich bezwecke mit ihrer Bekanntgabe an dieser Stelle bloss, darauf hinzuweisen, dass es wohl möglich sein dürfte, die Reaktionsfähigkeit (Reduktionsfähigkeit) fester entgaster Brennstoffe laboratoriumsmässig zu messen und es darum erstrebenswert ist, auf eine Einheitsmethode für die Ausführung der Versuche hinzuarbeiten. Die verschiedenen in Vorschlag gebrachten Prüfverfahren müssen daher systematisch geprüft und

mit einander verglichen werden. Dann wird es möglich sein, die zweckmässige Methode auszuwählen.

Diese Untersuchungen können vorgenommen werden, trotzdem man über die

Windgeschwindigkeit 15 l/std. Schichthöhe 8 cm.

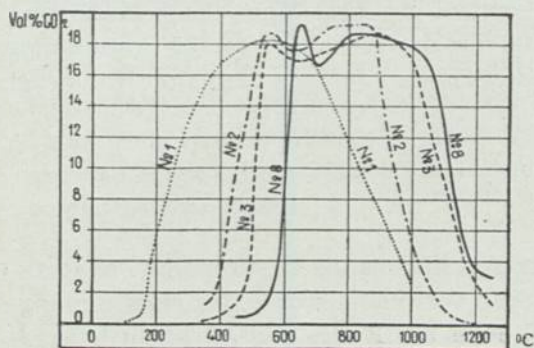


Fig. 5. Kohlensäurediagramme, erhalten im Luftstrom.

Art und Weise, wie die Versuchsergebnisse in der Praxis ausgewertet werden sollen, noch nicht zu einer Einigung gekommen, und auch der Einfluss verschiedener Faktoren auf die Reaktionsfähigkeit noch nicht restlos abgeklärt worden ist.

Heute hält es schwer, die in der Literatur enthaltenen Versuchsergebnisse über die Reaktionsfähigkeit entgaseter Brennstoffe auszuwerten, weil sie infolge der verschiedenen angewendeten Untersuchungsmethoden nicht streng vergleichbar sind. Dies tut dem Wert der zahlreichen Arbeiten auf diesem Gebiete etwas Eintrag. Es wäre deshalb zu begrüßen, wenn man bald zu einer Einigung über die Prüfmethode käme.

DISCUSSION

Mr. W. H. FULWEILER, Philadelphia

would ask Prof. Dr. Schläpfer the approximate time of contact in the experiments he has described, as we can more readily interpret the results if we had this information.

Prof. Dr. SCHLÄPFER

Da wir die Korngrösse und die Porosität der verwendeten Proben bestimmten, ebenso die Strömungsgeschwindigkeit des Gases und die Schichthöhe des Brennstoffes massen, lässt sich die Berührungszeit angenähert berechnen. Allerdings besteht heute noch keine Möglichkeit die Feinstruktur des Materials zu bestimmen, die bei der Berührungszeit eine wichtige Rolle spielt; daher kann letztere nicht genau bestimmt werden.

Prof. Dr. KINDSCHER, Berlin-Lichterfelde

Ist eine Methode bekannt um das Verhalten von Brikett in der Feuerung zu prüfen? Briketts gleichen Heizwertes können ganz verschiedene Heizwirkung geben, da die eine Sorte im Feuer schnell zerfällt während die andere Sorte ruhig abbrennt.

Prof. Dr. SCHLÄPFER, Zürich

Eine genaue Methode kennt man meines Wissens heute noch nicht, es wird auch schwer möglich sein, eine solche aufzustellen. Immerhin können bei richtiger Auswertung der üblichen Versuche, besonders der Ergebnisse der Kohäsionsbestimmungen, des Gefüges des Brennstoffes und des Verhaltens bei der Bestimmung der flüchtigen Bestandteile, weitgehende Schlüsse auf das Verhalten im Feuer gezogen werden.

E. NORDLIN, Stockholm

teilte mit dass im Materialprüfungsamte Stockholms die Bestimmung der Reaktionsfähigkeit von brennbaren Stoffen dazu verwendet wurde, bei einer umfangreichen Untersuchung zu entscheiden ob Russ aus Kokes und Anthrazit feuergefährlich im Vergleich mit Russ aus Holz und bitumenöse Kohle sei. Die Arbeit welche im Auftrag des Meisterverbandes der Schwedischen Schornsteinfeger ausgeführt worden ist, hat wertvolle Schlussfolgerungen ziehen lassen, und ist in der Deutschen Zeitschrift "Feuerwehr" dieses Jahres erschienen.

J. W. LE NOBLE, Bat. Petrol. Mij., Amsterdam

Wird es sich nicht empfehlen, neben der Reaktionsfähigkeit des Kokes gegen Luft (Sauerstoff) und Kohlensäure auch die Reaktionsfähigkeit gegen Wasserdampf in der Definition festzulegen? Die Reaktionsfähigkeit gegen Wasserdampf ist ja ebenso wichtig wie gegen Luft und Kohlensäure. Speziell bei Wassergasanlagen kommt sie stark in Frage.

Prof. Dr. SCHLÄPFER

Wir haben in unserm Laboratorium Versuche mit Wasserdampf angestellt bei verschiedenen Temperaturen und gefunden, dass ein Parallelismus besteht zwischen der Reaktionsfähigkeit gegenüber Kohlensäure und Wasserdampf. Nähere Angaben finden sich z.B. in der unter meiner Leitung ausgeführten Dissertation von A. Rösli, E.T.H. Zürich.

A. C. E. WESCHE, Kopenhagen

Bei den Dänischen Staatsbahnen hat man parallel zu den Laboratoriumsuntersuchungen praktische Feuerungsproben durchgeführt. Man hofft damit Anhaltspunkte für eine Wertbestimmung der Kohle im praktischen Betriebe zu erhalten. Wurden in der Schweiz auch derartige Versuche gemacht?

Prof. Dr. SCHLÄPFER

Es sind auch in der Schweiz derartige systematische Versuche vorgenommen worden. Ein Teil davon (Dampfkesselversuche) ist veröffentlicht worden. Die meisten Untersuchungen dagegen wurden nicht bekannt gegeben. Ich kann aber mitteilen, dass sie ebenfalls wertvolle Unterlagen für die Bewertung der Brennstoffe lieferten. Es muss immer darauf aufmerksam gemacht werden, dass der Heizwert von Kohlen nur dann als Wertmesser für die Qualität benutzt werden kann, wenn Kohlen gleicher Gattung verglichen werden sollen. Es geht z.B. nicht an, eine Magerkohle und eine langflammige Kohle nur auf Grund des Heizwertes vergleichen zu wollen.

TESTING COAL AT THE GOVERNMENT TESTING INSTITUTE OF SWEDEN

by

EVERT NORLIN

Sweden's demand for coal, amounting to between 3.5—4.5 million tons per year, is chiefly supplied by means of import, only an unimportant fraction, or about 400,000 tons (= 10%) being obtained from home-resources in Scania, the southernmost province of the country. Of the imported coal the greater part, some 90 %, comes from England and Scotland, the remainder being supplied from Germany and Poland. During the last few years, the import from Poland has increased however. The monetary value of the imported coal amounting to between 70—100 million Swedish kronor, it is evidently of the greatest importance for Sweden to take all the measures necessary to obtain coal of fully satisfactory quality and at the lowest possible price. This aim is reached by means of systematic sampling and analyses of the parcels of imported coal, and by basing purchases, as far as possible, on the results of the investigations thus made.

It was as much as 30 years ago that the examination of coal began to be carried out by the Government Testing Institute, which at that time was connected with the Royal Technical University. During the course of time, the methods necessary for the work have been steadily improved, and examinations have been carried out at the Institute, and reports have been given of the results by, *inter alia*, Axel Wahlberg, Gunnar Dillner and J. O. Roos Af Hjelmsäter, the Directors of the Testing Department during these three decades. The fact is worthy of special notice that, in the course of these investigations, the importance of the exact sampling and the preparation of the samples was seen at an early date, and the methods carefully elaborated simultaneously with, but quite independent of, the work of the Bureau of Standards, U. S. A. During the years 1922—1923 the present writer carried out comprehensive work for the checking and revision of the methods and apparatus employed for testing fuels. This work was facilitated by the experience obtained at the Testing Institute, and the knowledge gained during the course of a journey to England and the U. S. A. for the purpose of studying the methods etc., employed in those two countries. The aim of the writer's labours was to obtain results of the necessary exactness and, at the same time, to make the methods practic-

al and quick and, as far as possible, analogous to the systems employed in other countries, the coalproducing ones especially. To this end the Testing Institute has gradually come into communication and co-operation with corresponding Institutions in these countries. The testing-methods thus revised have been applied at the Swedish Government Testing Institute and other Swedish laboratories, and a fruitful collaboration, which has been to mutual profit, goes on between our Testing Institute and several of the offices in question, such as the Laboratory of the Board of the Royal State Railways and that of the Stockholm Gasworks. The experience gained by the work of the past years as regards the exactness and practical utility of the methods employed has been very favourable.

Special emphasis has been placed on the question of the sampling and preparation of samples, and a lively propaganda has been carried on by the Institute among the applicants to persuade them to employ our rules when making their own sampling. It has been pointed out to them, that the observance of legally binding forms is necessary if any importance is to be attached to testing-certificates when produced before a court of justice. To attain the aim of a sampling, i.e., the taking of a general sample, the composition of which shall be the same as the average character of the parcel of coal which is being sampled, the following details are of importance:

a. There must be taken a sufficiently large *raw sample*, the weight of which must be in correspondence with that of the parcel of coal and the properties of the coal, its piece-size, especially.

In this connection, investigations and experience have shown that the quantity of the raw sample should be in the following proportion to the weight of the parcel of coal and the size of the pieces:

Weight of Coal parcel	Weight of the Raw Sample	
	Large coal	Smalls
100 tons and less	about 500 kgs	about 200 kgs
About 1000 tons	„ 1000 „	„ 500 „
2000 tons and over	„ 1500 „	„ 800 „

If the parcel of coal contains very large pieces, the weight of the raw sample must be increased. In the case of very pure smalls of little size, „Washed peas”, for instance, a smaller raw sample is sufficient.

b) The raw sample is obtained by assembling a number of part-samples. The size of these part samples must also be in agreement with the piece-size of the coal parcel and its probable degree of purity. In the case of smalls such samples need be no larger than about 1 or 2 kilogrammes. With large coal, and especially such coal as contains large fragments of slate, these part-samples must weigh from 5 to 10 kilogrammes. Should there be present big pieces of coal of a size exceeding 200 mm it will be necessary to have preliminary samples of between 30 and 50 kilogrammes,

and to crush the pieces, then to mix thoroughly, reduce and finally take out part-samples of from 5 to 10 kgs.

c. In reducing the raw sample to a final *general sample* by means of successive crushing and halving, there must be employed the following table showing the connection between the largest allowable piece-size of the coal and the smallest weight to which the raw sample may be reduced at each stage of its preparation:

Largest allowable piece-size of the coal on reduction	Least weight to which the sample may be reduced
50 mm.	400—500 kg.
20 „	6 —100 „
10 „	6— 8 „

d. Rules are also given respecting the protection of the sample against drying or damp during the sampling and preparation of samples, the uniform method of taking the part-samples, the manner of carrying out the reduction, etc., but they must be passed over here.

This manner of sampling has been checked by determining the ash-percentage calculated on samples in a moisture-free state from two parallel general samples that have been taken simultaneously. As an example there are given the following figures for two entire shiploads of coal and a stored parcel of coal:

The parcel of coal	Ash-percentage of		
	General sample I	General sample II	Difference %
1. Shipload of coal, mostly dust and smalls; 2465 tons; sampling during unloading	9.65	9.29	0.36
2. D: o, sample taken from stored coal	8.78	8.92	0.14
3. Shipload of large coal with rather large pieces; 2700 tons; sampling during unloading	7.56	7.39	0.17

In connection with sampling, the determination of the *volume-weight* is frequently carried out by weighing a certain volume; that of the *size of the pieces* by means of a screening-test or by direct ocular examination; *hardness* is classified into „hard, medium hard and loose coal”, and the *surface character* is given either as „bright” or „dull” coal.

In regard to the question of employing hectolitre weight in reduction from weight to volume and vice-versa, it must be remembered that the same weight of piece-coal in storage occupies from 10—20 % less volume than in a hectolitre measure, in consequence of the spaces that arise close to the sides and bottom of the measure.

The sampling procedure results either in a rather large general sample of from 60 to 100 kgs. and with a largest piece-size of 20 mm., or else in a smaller general sample of 6 to 8 kgs and a largest piece-size of 10 mm.

The same principles are followed in *the preparation of the samples* at the laboratory and in the preparation of the raw sample to general sample, regarding the continuous reduction of the piece-size and weight, by means of crushing, mixing and halving. The preparation is facilitated, and the desirable exactness obtained, by employing a reduction apparatus with a lamellae-funnel for the continuous mixing and reduction, and, after drying, by grinding a final sample of 500—600 grammes and 5 mm piece-size in a *ballmill*. The ball-mill is indispensable for an exact coal-test, as it not only finely divides the sample but it also mixes it thoroughly, a thing which has not been done in the previous stages during the course of the sampling and the preparation of sample.

This is an important matter, as there are great difficulties attendant on the creation of a homogeneous coal-sample, in consequence of the different specific weights of coal (= 1.3) and its impurities (= 2.0 — 5.0).

The *chemical analysis* of the coal is, in most instances, restricted to the determination of the water- and ash percentages. Very frequently a crucible test is also made, which gives the content of the volatile matter and the ash-free coke. Less frequently there is carried out a more complete chemical analysis, in which there is also determined the carbon, hydrogen, sulphur, and — but not so often — the phosphorus in the ash. The determination of the melting-point of the ash is oftener executed, this factor playing a great part in the practical use of the coal.

Moisture- or water-percentage is determined in two or three stages. In the case of wet coal, the whole of the general sample (of 10—100 kg) is dried. With coal that feels dry, a pre-drying of the sample is performed to a maximum of 30° C. after reduction to 500—600 grammes and 5 mm greatest piece-size. In exceptional cases it may be necessary to take a special sample from the original raw sample, for the determination of the moisture-percentage, but in accordance with a simplified reduction method.

The air-moisture which remains after pre-drying (= „II-moisture”) is determined by drying in a drying-oven for an hour at 103° C. For oxidation during drying there is added for older coal 0.2 %, and for younger coal 0.5 %. The method has been checked by comparison with drying in vacuo and xyloldistillation. A difference was found between the values for xyloldistillation and the results obtained by drying in a drying-oven without vacuum (and without the above-mentioned correction), in the case of anthracite, = 0.12—0.33 %; in that of English, Scotch and

Spitzbergen coal, = 0.17—0.33 % (one value was = 0.04 %), and of younger Swedish coal, = 0.42—0.57 %. The additions mentioned are intended for the purpose of correcting these differences.

The *determination of the ash* takes place by combustion in a gas muffle-furnace to a final temperature of 775° C., which is measured by means of a pyrometer. This final temperature has been fixed after agreement with the Fuel Board and other British authorities, interested in the matter. Investigations into the action of the final temperature on the ash-value show that, for most coal, it varies but inconsiderably within the temperature-interval 600°—1000° C. The difference in ash-percentage at 600° and at 1000° C. in the case of four different coals varied between 0.15—0.38 %. On treating the ash with carbonate of ammonia followed by slight heating there were obtained results that exceeded the ash-percentages at 1000° C. by 0.49—0.90 %. More exceptionally there were coals containing greater percentages of carbonates and presenting considerable differences, such as, for instance, a coal-product rich in carbonates, which was from Spitzbergen: 20.16 % (53.02—32.86 %).

The *melting-point of the ash* can be determined by a Seger-cone or an optic pyrometer. There does not seem to exist any general connection between the colour of the ash and the melting point. Gray-white ashes have often a high melting-point.

The *crucible test* is, with a slight modification, carried out in agreement with A. S. T. M.: standard-method, by heating 1 gramme coal in a closed platinum crucible. The process is begun by pre-heating the coal in the flame of a Meker-burner at a somewhat low temperature for 3 minutes, and then heating at 950° C. for 5 minutes. The test is carried out in a specially constructed iron plate box. It is necessary to follow the instructions as to time and temperature very precisely, for checking tests show that the amount of volatile matter is increased at a higher temperature and with a longer heating. An ocular examination of the coke remaining in the crucible has proved to be of practical importance. The results of the test are given with the following graded values:

1. Pulver, not sintered.
2. Sintered, not porous.
3. Sintered, porous to some degree.
4. Caked, very porous, with blistered appearance.

Carbon and hydrogen are mainly determined in accordance with *Dennstedt's* method, but with a number of modifications in the apparatus and method of procedure. The following details may be found of interest. — A thick copper wire leads from the layer of lead chromate which lies near the end of the combustion tube, to the end of the tube. This is for the purpose of the heated wire's preventing the water formed during combustion from condensing in the tube. For the purpose of absorbing the water and carbon dioxide there are employed the *Roos'* absorption apparatus, which are of a solid and strong construction. The first of them is filled with calcinated calcium chloride but not with phosphorus pentoxide; the succeed-

ing two apparatus are filled with solid caustic potash. The coupling of the electric furnace is so constructed that the moveable and fixed tube-shaped heating elements are coupled in series, this effecting a saving of current.

The sulphur in the coal is, in part, volatilized during the combustion, and a part remains in the ash. The total percentage of sulphur present in the coal is of interest for metallurgical purposes. For generator-drive and purely firing purposes it is really only the volatile sulphur that is of importance. As in most kinds of coal the percentage of sulphur, bound in the ash, is unimportant, the total content of sulphur even for the above purposes is determined with a view to a saving both of time and money. The analysis is carried out in accordance with Esckas's method, an electric muffle-furnace being employed. The sulphur bound in the ash is determined according to *Hillebrand*. The method used differs but inconsiderably from those usually given in the literature.

Nitrogen is determined in accordance with *Kjeldahl's* method, with sulphate of copper as catalysator, and with the addition of sulphate and permanganate of potassium. It has proved to be of importance to allow the heating to proceed gradually for the first two or three hours, over a little flame. In distillation with soda-lye there is employed a distilling apparatus with a spray-collector of special construction, which prevents the soda-lye from spraying over. The literature often prescribes the employment of mercury as catalysator, and to precipitate mercury-sulphide by means of sodium-sulphide on distillation. Comparative analyses of several different kinds of coal, with sulphate of copper and mercury as contact substances, gave results which agreed with each other within 0.02 % N, and the time for the dissolving-process was only inconsiderably shorter when mercury was employed. The use of sulphate of copper is found to be of advantage, as then it becomes possible to avoid the employment of the non-durable, fetid sodium-sulphide. Experimental examinations carried out by several German investigators tend to show that Kjeldahl's method gives from 10 to 20 % lower nitrogen-percentages than coal treated according to Dumas' method. The latter method, however, has been found very difficult of application in the case of bituminous coal. A checking investigation made at our Institute has given results which do *not* confirm the statements that the Dumas method always gives a higher nitrogen percentage than the Kjeldahl. When the Dumas method was employed, it was found necessary to analyze the nitrogen gas obtained, as it frequently contained methane, hydrogen and traces of other gases. Experience tends to show that the Kjeldahl method gives a somewhat too low, and the Dumas system a little too high value. According to the method of procedure followed at our Institute, which is easy of application and which renders it possible to execute a large number of analyses in a short time, there were obtained values in very good agreement with the results come to by the Dumas method, and differing from them by but an allowable margin of error. The Dumas method, on the other hand, demands great practical skill and training, much time and, even then, easily leads to erroneous results.

Phosphorus is determined according to a modification of Eggertz's method, by

which the phosphor-molybdate precipitate is dried at 105° C. and is weighed on a tared filter.

The *heating value* is determined in a Berthelot-Mahler calorimetric bomb. Of the special details in the procedure, the following are worthy of attention. The coal is not briquetted, but is combusted in pulverized form within a platinum crucible so constructed that there can be no spraying away of the coal powder, but still, that necessary access is given to the oxygen. Ignition takes place by means of a cotton thread running from a resistance-thread in the bomb lid down into the pulverized coal. The water for the calorimeter is tempered to a degree which, before combustion, is as much below the temperature in the water-mantle of the calorimeter as it will afterwards exceed it. The tempering and volume-measuring of 2000 grammes of water is carried out in a specially constructed device. The thermometers are checked every now and then at the physical section of the Testing Institute, a detail which has proved necessary, as these delicate thermometers change after having been employed for some length of time. The correction for the exchange of heat between the bomb and the water mantle is read direct from a diagram showing the connection between the observed rise in temperature and the correction. The values employed in drawing up the diagram are derived from a series of determinations, and are calculated in accordance with Regnault-Pfaundler's well-known formula.

The calorimetric determination is carried out with air-dried samples. From the results there are deducted and shown in the certificate:

a. The *gross calorific value*, whereby is meant the amount of heat produced when 1 kg of the substance is fully combusted, and after all the water formed during combustion, and which may possibly be in the substance, has been condensed to liquid. and

b. The *net calorific value*, whereby is meant that amount of heat which is produced when 1 kg of the substance is completely combusted, and when all the water formed during combustion, and which may eventually exist in the substance, is given off in the form of vapour (= the amount of heat which is obtained on combustion in an open fireplace).

The calorific values can be calculated either on the sample as it has been supplied, inclusive of all its proportion of water and ash, or else of a "water-free sample" or "combustible substance", free from water and ash.

In calculating the net calorific value there is needed a knowledge of the hydrogen-percentage, but this is not often determined. If one is acquainted with the kind of coal, an average value of the hydrogen-percentage of the organic matter in this kind of coal can be employed. According to another approximate method drawn up by the present writer, the hydrogen percentage is calculated approximately with the assistance of the gross calorific value and of the percentage value of the volatile matter, obtained in the crucible test. It has proved that the hydrogen percentage is proportional to the production of the gross calorific value and the content of volatile matter, in accordance with the following formula:

$$H = 3.0 + 0.007 \cdot \frac{K_t \cdot G_t}{1000} \%$$

Since about the year 1910 there has been employed in Sweden, on an ever increasing scale, the method of buying coal against a regulation of the price in accordance with the analysis. Full consideration is paid in this connection to the practical characteristics of the coal, and conditions are inserted in the contracts fixing a certain kind of coal, which must have the guarantee of a mine certificate. Investigations and the experience that has been gained show undoubtedly that this system, if it be employed in a proper way, is to the advantage both of the seller and the buyer. The purchaser obtains full value for his money and receives coal of satisfactorily good, uniform quality, a thing which is of great technical importance. Mineowners and sellers are encouraged to place on the market a coal which is mined and then handled in a more rational manner, and if this is done in a more careful way, great economic advantages can be obtained. The writer has deduced a price-formula according to the following scheme, which may be called a theoretic basis for such a price-fixing system:

The net calorific value = W can be calculated in accordance with the following formula, drawn up by Mr. E. Molin, one of the writer's swedish colleagues:

$$W = \frac{(K_b - 54 H_b) (100 - A_t) (100 - F)}{10.000} - 6 F, \text{ where}$$

K_b = gross calorific value of the combustible substance in the coal.

H_b = hydrogen-percentage of $d : o$.

A_t = ash percentage of water-free sample, and

F = water percentage.

When fixing the price, there is first laid down a fundamental or basic price, p_n , for a standard coal, and then there is to be determined the price, p , for a coal supplied. The prices are to be in direct proportion to the quantity of heat that can be obtained when using the coal. This quantity is in proportion to the net calorific values calculated in accordance with the above formula, but in making this calculation, then at A_t there must be inserted a factor $f = 1.5-2.5$, usually 2. This is done because, in the practical use of the coal, the percentage of ash exercises an influence which is greater than that shown directly by the percentage deviation from the fixed value of ash in the standard coal. The cause of this is the enclosing of coal within slag and ashes in furnaces and generators (analysis shows from 10 to 60 % coal in the ash, with an average of 25 %) and also the unfavourable influence exercised by large quantities of ash on the combustion process. A diminution of the efficiency of the heating-plant has been shown by test firings, when coals rich in ash have been compared with those containing a smaller ash-content.

In writing out the formula, the terms $54 H_b$ and $6 F$ can be eliminated without any noticeable effect on the result. We then obtain:

$$P = P_n \frac{K_b (100 - f \cdot A_t) (100 - F)}{K_{b_n} (100 - f \cdot A_{t_n}) (100 - F_n)}$$

In regard to the standard coal P_n . K_{b_n} , f , A_{t_n} and F_n have been fixed however: so that the expression:

$$\frac{P_n}{K_{b_n}(100 - f \cdot A_{t_n})(100 - F_n)} \text{ is constant} = k.$$

The price, p , can, therefore, be determined in accordance with the formula:

$$p = k \cdot K_b (100 - f \cdot A_t) (100 - F).$$

As a rule, there is used in Sweden a simplified price-fixing system based on this formula, in accordance with the following principles:

- a. In the contract there is fixed
 - a *basic or fundamental* price for
 - a *standard coal* of
 - fixed ash-percentage* in *water-free sample*, A_t , and
 - net calorific value* of the coal as *delivered* = W .

- b. For the ash-percentage there is fixed a tolerance of $\pm 1\%$, and for the effective heating value one of ± 150 Cal., within which limits the price cannot be altered.

- c. If the ash exceeds the upper tolerance-limit, there is made a certain reduction for each $\frac{1}{2}\%$ by which the ash-percentage exceeds the normal value. Should the ash percentage fall below the lower tolerance limit, there will be an addition to the basic price determined in accordance with the same principles.

In the same way additions to or deductions from, the price are made for each 50 Cal. in excess of, or below, the net calorific value within the above tolerance-limits.

- d. If the ash percentage exceeds a certain limit-value or if the net calorific value falls below a certain limit, or if, on a screening test of the coal there is found a larger percentage of dust than a fixed limit, the purchaser is entitled to refuse to accept the parcel.

Coal being one of our most important commodities, both from an industrial and a general point of view, and the trade in it being of an international character the methods adopted for testing coal, and the employment of the results of these tests as a basis for fixing its prices, deserve to be submitted to the consideration of a revived International Material-Testing Association. The writer's paper is intended to awake interest in the matter, at the same time that an account has been given of the work already made in Sweden in this question.

DISKUSSION

Direktor Ing. WIRTZ, Haag

Ich möchte Herrn Norlin fragen, ob ihm auch die Formel von Goutal bekannt ist? Er macht die Verbrennungswärme abhängig vom fixen Kohlenstoff und vom Gehalt an flüchtigen Bestandteilen. Wir haben diese Formel geprüft und kommen zu ziemlich guten Resultaten, wiewohl Fehler von 100 WE. leicht möglich sein

können. Sind bei Ihnen hierüber auch Untersuchungen angestellt worden? Man muss natürlich eine einheitliche Methode zur Bestimmung der flüchtigen Bestandteile verwenden, wenn man die Goutal'sche Formel gebrauchen will. Wir verwenden die in unserm Institute ausprobierte, abgeänderte amerikanische Methode.

Prof. Dr. SCHLÄPFER, Zürich

Die Goutal'sche Formel ist bei Steinkohlen ziemlich gut brauchbar, wenn die Kohle nicht zu viel Karbonate enthält. Ist dies der Fall, so erhält man fehlerhafte Zahlen. In unserm Institute wurde s. Zt. die Frage der Berechnung des Heizwertes mit verschiedenen Formeln eingehend geprüft. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen wurden in der Dissertation von Hermann Streit Universität Zürich niedergelegt. Ich verweise auf diese Arbeit.

NEUERE ASPHALTTHEORIEN

von

DR. ING. F. J. NELLENSTEIJN

Delft

Der Asphalt ist, wie vor einigen Jahren von mir ausführlich auseinander gesetzt wurde, ein stark geschützter Kohlenstoffoleosol. Die weitere Entwicklung dieser Theorien, worin das Asphaltproblem hauptsächlich kolloidchemisch aufgefasst wurde, führt schliesslich zur Erklärung vieler Tatsachen, die nach der älteren, klassisch-chemischen Auffassung kaum verständlich waren.

Es ist eine bekannte Sache, dass Asphaltlösungen in Benzol, Chloroform, Schwefelkohlenstoff u. s. w. von Benzin, Aether, und andern Flüssigkeiten präzipitiert werden. Nach der älteren Auffassung ist diese Präzipitation so zu verstehen, dass hierbei eine neue Phase entsteht. Bis heute aber ist die Ursache der Entmischung oder der Mischbarkeit verschiedener Flüssigkeiten, die Ursache also, weshalb beim Mischen zweier Flüssigkeiten eine oder zwei Phasen entstehen, völlig unbekannt, und die Präzipitation von Asphaltlösungen durch Benzin, u. s. w. ist einfach als Tatsache empirisch aufgenommen.

Nach der neueren kolloidchemischen Auffassung aber ist eine Asphaltlösung in Benzol schon ein zweiphasiges System. Die disperse Phase, das Asphaltmizell, besteht aus einem Kohlenstoffkern mit absorbierten Schutzkörpern, während die geschlossene Phase das ölige Medium ist. Bei der Präzipitation mit Benzin vereinigen sich die Mizellen. Diese Ausflockung ist also zu vergleichen mit der Koagulation von Emulsionen, und es ist zu erwarten, dass die Grenzflächenspannung Mizell-Medium hierbei eine grosse Rolle spielt, während die elektrischen Eigenschaften der beiden Phasen, welche für die Koagulation wässriger Emulsionen wichtig sind, bei rein organischen Systemen wohl weniger zur Geltung kommen werden. Zwar ist die Grenzflächenspannung Asphaltmizell-Medium nicht bekannt, aber diese ist, unter gewissen Restriktionen gleich der Differenz zwischen den Oberflächenspannungen gegen Luft beider Phasen.

Hieraus erklärt sich die Tatsache, dass bei einer mit dem Medium und den Schutzkörpern mischbaren organischen Flüssigkeit, die Oberflächenspannung massgebend ist für die Flockung von Asphaltlösungen. Werden dergleichen Flüssigkeiten geordnet nach dem Werte dieser Oberflächenspannung, so stellt sich

heraus, dass die kritische Oberflächenspannung, unter welcher noch eine Flockung auftritt, ungefähr 24—25 dyne/cm beträgt. Solventien, deren Oberflächenspannung in diesem Grenzgebiete liegt, spielen eine besondere Rolle; zu diesen gehört der Tetrachlorkohlenstoff. In den meisten Fällen flockt dieser Stoff nicht; nur wenn durch Überhitzung oder andre Fehler in der Fabrikation ein Asphalt gebildet ist, dessen Kohlenstoffteilchen weniger stark geschützt sind, tritt eine Flockung durch Hinzufügen von Tetrachlorkohlenstoff auf. Dies ist die Erklärung der Clifford Richardsonschen Reaktion auf die sogenannten Carbene.

Eine zweite Konsequenz der Einsicht dass die Oberflächenspannung eine wichtige Rolle in den Stabilitätsbedingungen dergleichen Systeme spielt ist, dass das Vermischen von Asphalten verschiedener Oberflächenspannung zu Schwierigkeiten führen kann. Unterschiede dieser Art finden wir namentlich zwischen Petroleumasphalten und Steinkohlenteerprodukten. Aus den wenigen Untersuchungen auf diesem Gebiete hat sich herausgestellt, dass die Steinkohlenteerprodukte eine viel höhere Oberflächenspannung haben als Petroleumasphalte. Deshalb besteht die Möglichkeit, dass die Steinkohlenteerprodukte eine weniger stabile disperse Phase enthalten, die beim Vermischen mit Petroleumasphalt geflockt wird. Von einigen Asphalttechnikern z.B. Abraham wird das Vermischen Petroleumasphalte mit Steinkohlenteer unter allen Umständen verurteilt. Dies geht m. E. zu weit, aber jedenfalls ist beim Vermischen von Produkten sehr verschiedener Oberflächenspannung Vorsicht geboten.

Die Flockung der dispersen Phase mittels Benzin, Aether u. s. w. ist wohl zu unterscheiden von der Präzipitation mit wässrigem Alcohol, Azeton und einigen andern Flüssigkeiten. Fügt man diese Flüssigkeiten zu Asphaltlösungen, so tritt Entmischung, aber keine Flockung auf. Vermischt mit Flockungsreagentien verursachen sie die Entstehung eines Präzipitats, das aus einem Gemisch von Asphaltenen und öligen Bestandteilen besteht, wodurch ein viel weiches Präzipitat entsteht als mit Benzin. Nach der alten Auffassung sollte in dem einen Falle ein „Weichasphalt“, im andern ein „Hartasphalt“ gefällt werden, Stoffe, die sich angeblich durch den Grad der Polymerisation oder Oxydation unterscheiden sollten. Wie aus dem Vorhergehenden folgt, muss die Erklärung dieser Tatsachen in eine ganz andere Richtung gesucht werden.

Ist die Oberflächenspannung wichtig für das Verhältnis zwischen Mizell und Medium, also für die äussere Stabilität des Mizells, so wird die innere Stabilität von ganz andern Faktoren bestimmt. Hier ist das Verhältnis zwischen dem kolloidteilchen (dem Kohlenstoff) und den Schutzkörpern massgebend. Es hat sich herausgestellt, dass dies ein Absorptionsverhältnis ist. Eine ausführliche Beschreibung der Reaktionen, welche für die Charakterisierung dieses Verhältnisses wichtig sind, würde zu weit führen. Interessant sind in dieser Beziehung die Reaktionen mit Jodium, das meistens eine momentane Fällung des Kohlenstoffs verursacht, die viel schwächere Reaktion mit Chlor, und die für die Praxis wichtige Reaktion mit Sauerstoff. Alle diese Reaktionen beziehen sich auf die Schutzkörper, b.z.w. auf die daraus gebildeten Dissoziationsprodukte. Auf den element-

aren Kohlenstoff kann man reagieren mittels Kaliumpermanganats, wodurch organische Säuren gebildet werden. Immer wird hierbei, sei es auch meistens in geringer Menge, Mellitsäure gefunden. Es scheint also, dass immer ein Teil des Kohlenstoffs zyklisch geordnet ist, „aromatisch“ ist. Zumal in Steinkohlenteerprodukten ist dies der Fall.

Der grösste Teil des Kohlenstoffs aber gehört zu der kettenartig „aliphatisch“ geordneten Modifikation.

Bei den technischen Anwendungen des Asphaltens spielt in den Mischungen mit mineralen Bestandteilen die Absorption sicher auch eine wichtige Rolle. Es hat sich herausgestellt, dass die „Filler“ aus Asphaltlösungen einen Teil des Kohlenstoffs und der Schutzkörper absorbieren. Hiermit hängt wohl die Verkittung der mineralen Bestandteile durch Asphalt zusammen, und die spezifische Wirksamkeit des „Fillers“ in dieser Hinsicht. Die Untersuchungen auf diesem Gebiete sind aber noch nicht weit genug gefördert um definitive Schlüsse ziehen zu können.

DISKUSSION

Dr. A. v. BLOM, Zürich

Wenn der Asphalt als innere Phase festen Kohlenstoff enthält, so liegt nicht eine Emulsion vor, sondern eine Suspension. Nun verhält sich aber tatsächlich Asphalt eher wie ein Emulsoid. Infolgedessen scheint mir der Kohlenstoff nicht die ausschlaggebende Rolle zu spielen beim Aufbau der zweiphasigen Systeme, sondern vielmehr das, was der Vortragende als „Schutzstoff“ definiert. Diese besitzen offenbar flüssigen Charakter. Als innere Phase haben wir infolgedessen tatsächlich eine hochviskose Flüssigkeit. Das Verhalten der Asphalte wird bei solchem Aufbau verständlicher.

Ich möchte dem Vortragenden noch fragen, ob er über die Zusammensetzung der „Schutzstoffe“ näheres angeben kann?

Dr. NELLENSTEYN, Den Haag

Die Untersuchungen über die Schutzkörper sind noch im Anfangsstadium.

Die Körper sind flüssig, eine flüssige Haut befindet sich um den Kern. Daher können Asphalte eine sehr grosse Menge anderer Stoffe absorbieren.

Mr. E. JOHANSEN, Fall Rivers (U. S. A.)

On experiments with Mexican Asphalt it was found that asphaltenes prepared by precipitations and washing with light benzin were solid, hard substances of the appearances of anthracite, with a melting point 200—250° C. and containing from 11—14 % sulfur. The presence of elementary sulfur could not be demonstrated.

Assuming that this sulfur is present as an organic compound, its quantity must be very considerable, in fact much more than that of the hypothetical elementary carbon, and it is therefore very improbable that the asphaltenes are absorption compounds of carbon.

Herr F. HOETTE, Rotterdam

bittet die drei Herren Norlin, Schläpfer und Wirtz zusammen zu arbeiten, zur Feststellung von Normen für Probenahmen und Toleranzen für Analysenzahlen.

Er entwickelt, dass sich eine Universalvorschrift, wie man sie sich jetzt immer wünscht, für Probenahmen nicht redigieren lässt. Man sollte sich international auf Sondervorschriften einigen und zwar für Probenahmen von bestimmten Quanten, aus bestimmten Transportgefässen. Um Streitigkeiten über zulässige Abweichungen auszuschalten, sind bei diesen Sondervorschriften zugleich Toleranzen für Analysenzahlen festzulegen.

Diese Streitigkeiten veranlassen den Kaufmann von Probenahmen und Zuziehung eines Chemikers bei Bestimmung des Wertes seiner Ware überhaupt abzusehen.

Allerdings würden durch diese Sondervorschriften nicht alle für Beurteilung durch den Chemiker in Frage kommenden Waren der Weltwirtschaft erfasst. Der Kaufmann wird aber doch wenigstens die Quanten, wofür unangreifbare Zahlen abzugeben sind, bearbeiten lassen. Das grosse Gebiet der Kohle z. B. worin Kauf auf Analyse noch viel zu wenig stattfindet, würde dann auch für die Analyse besser zugänglich. Damit liessen sich grosse Verluste vermeiden.

Prof. Dr. SCHLÄPFER, Zürich

Wir wollen unsere besten Kräfte daran geben.

M. P. LE GAVRIAN, Paris

Messieurs !

A propos du remarquable Rapport de Mr. Nellensteyn sur les Asphaltes, je crois opportun de faire au Congrès une courte communication propre à l'intéresser dans l'avenir.

Les matériaux hydrocarbonés tels que; Bitumes, Asphaltes, Goudrons, Brais etc. sont, vous le savez, aujourd'hui le plus largement utilisés pour la construction des chaussées.

L'Association Internationale Permanente du Congrès de la Route, lors de son dernier Congrès, tenu à Milan, il y a juste un an, a décidé de mettre à l'étude l'unification des Essais destinés à déterminer les Qualités de ces matériaux considérées du point de vue du Constructeur de Routes.

Un Comité de Spécialistes a, en conséquence, été formé, et est chargé de:

1. définir la nature des Essais reconnus soit comme indispensables, soit comme simplement utiles;
2. faire un choix entre les méthodes en usage pour les Essais;
3. établir des règles au sujet des éprouvettes.

Ce comité compte parmi ses membres plusieurs de nos collègues présents à ce Congrès, savoir:

- Prof. P. Schläpfer, Zurich.
- Dr. Ing. F. J. Nellensteyn, Delft.
- Ing. I. Vandone, Milan.
- et moi-même.

Ses travaux, entrepris depuis plusieurs mois, sont en bonne voie. Ils sont conduits dans le but d'aboutir à des conclusions claires et pratiques, en faisant état des acquisitions les plus récentes de la technique scientifique.

Il est à prévoir que le Comité, après avoir posé des normes concernant les Matériaux hydrocarbonés, abordera ensuite la révision des Essais concernant les autres matériaux, considérés spécialement dans leurs applications aux Chaussées modernes.

Il est évident que ces études intéressent également le *Congrès pour l'Essai des Matériaux*. Aussi leurs résultats seront-ils portés à la connaissance des membres de ce congrès, avec lesquels *l'Association Internationale des Congrès de la Route* est toute disposée à collaborer effectivement et cordialement.

THE USE OF THE SPECTRAL REFLECTION CURVE AS A PRACTICAL METHOD OF SPECIFYING, RECORDING, AND VERIFYING THE COLOR OF PAINT AND OTHER COLOR STANDARDS

by

F. P. INGALLS ¹⁾

Chairman Sub-committee XVIII of Committee D—1. A. S. T. M.

INTRODUCTION

Although paint is primarily a protective coating its use for decorative purposes has assumed a position scarcely second in importance to the fundamental idea of protection. Of course both protective and decorative properties go together, but which of the two may be regarded as the more important is fairly open to question.

The latest available statistics show that some ninety millions of gallons of ready-mixed paints and enamels were sold in the United States during 1926, and if we analyze the unpublished sales records of one of the older well-established houses we find that about 35% were whites, about 40% light colors or tints, and only about 25% were of the heavier or darker colors in which the pigments are largely oxides of iron or the various carbon blacks, and which are well known to give a longer life upon exterior exposure than any of the whites or tints. From such facts one may reasonably assume that in a large majority of cases the consumer has been quite willing to forego a considerable amount of durability for the sake of decorative effect.

Under such circumstances the question of color becomes highly important, and more especially the standardization of color, for, with such a wide distribution, it is clearly necessary for each manufacturer to hold his shades steady, not only from month to month, but from year to year, and even longer. No argument is needed on this point.

It is universally known that from the time of application to the time of ultimate decay, paints undergo gradual change in color, generally in a progressive way. The rate of change, and even its character, is widely variable according to the circumstances of application, composition, and exposure to the weather; furthermore this

¹⁾ Read at the Congress by Mr. P. H. Walker.
Int. Congress II

change, being imposed by the limitations of the materials and methods of manufacture at present available, is essentially inevitable and must remain so except in so far as new discoveries and inventions give us better materials and methods.

There is, however, another type of change, not so widely known, which frequently takes place in the period elapsing between the time of actual manufacture of the paint and the time of its application. This type of change may affect both color and consistency, and may be ascribed to reaction of some sort between two or more of the component materials from which the paint has been made, and is entirely aside from the mere fact of subsidence of the pigment by gravity. It, also, is highly variable, both in kind and extent, according to composition, accidental or incidental impurities, and methods of compounding. Naturally such change is of major importance to the technologist charged with the responsibility of producing goods that shall be uniform in color as well as in general quality. A more scientific method of detecting and measuring such changes and bringing standards under more efficient control forms the subject of this paper.

In the control of color in the paint industry long experience has demonstrated that in a mixture of pigments a fixed formula cannot be relied upon to produce a series of batches all uniform in color, no matter how accurately the proportional quantities may be weighed, or measured. It has also been established, though not so widely known, that in a series of batches, if each batch be matched up to the batch immediately preceding, there will ensure a "drift" away from the original color that soon becomes pronounced; and this occurs whoever does the matching.

To minimize difficulties of this kind it has been widely customary, at least in the United States, to match the batches in process of production up to daily "working standards", which, in turn, have each been checked against a carefully preserved master standard, which is presumed to have remained practically unchanged. This master standard is usually a sufficiently large portion from some original batch whose color has been adjusted to a shade arbitrarily chosen as the desired standard, this portion being then filled into a number of small packages, hermetically sealed, and set aside for future use as required.

If such standards could be relied upon to maintain their integrity for an indefinite time the present difficulties would not be so great, but even if they were stable, it would still be highly desirable to have available some scientific method of measurement, or specification, that would positively identify the color of any selected standard, and allow us to keep a record of it in quantitative terms; preferably, since color is a physical property, in terms of fundamental physical units.

In view of an insistent demand for such a system, or method, Sub-Committee XVIII of Committee D—1 of the A. S. T. M. began in 1920 a survey of the field to see what could be done to meet it. Obviously the first step was an extended examination of the various systems and colorimeters already available for the purpose, but while some of them were, and still are, very useful in certain limited fields, none of them could be regarded as meeting the requirements. The Monochromatic

system of measurement was open to certain complications and difficulties of a fundamental character, and all other systems depended upon the use of secondary standards which in themselves had little or no definite relationship to each other, and which could be translated into fundamental physical units only by a complicated process of calculation based upon spectro-photometric analysis of the standards. In fact whatever the angle of attack everything depended finally upon the spectro-photometer. In consequence of all this the Subcommittee came to the conclusion that the spectro-photometer offered the most direct available means of reaching the objective sought.

The spectro-photometer consists of two optical instruments a spectrometer and a photometer combined into one unit piece of apparatus. The sample to be measured is placed in a suitable holder side by side with a freshly prepared block of magnesium carbonate as a standard white both equally illuminated by the same source of light. Each half of a divided field in the eye-piece of the instrument is illuminated by the light reflected from these samples respectively, and the photometer is then adjusted until the two halves of the field show equal brilliance. The percentage of reflection is read off on the photometer scale for each successive adjustment of the spectrometer along the entire length of the spectrum. In this way a table of values is obtained which shows the spectral distribution of the light reflected from the sample, and which forms a permanent record of its stimulus value.

For convenience these values may be plotted from the table in the form of a curve, this being known as a Spectral Reflection Curve.

Figure 1. shows a series of such curves representing the colors as indicated.

These curves represent actual paints examined by the Committee in the course of its work. The flat paints and gloss paints are the same except that a thin coat of colorless varnish has been applied over the flat paints to produce the gloss.

In factory language varnishing a flat paint "brings out the color". What the varnish actually does is to suppress the direct reflection, and the removal of this considerable quantity of non-selectively reflected light increases the color saturation, relatively.

It is of interest to note that the truly "achromatic" or "neutral" colors show curves that are practically straight horizontal lines, showing the absence of selective reflection. In the gray shown the shade was adjusted to a "Neutral Median Gray" as nearly as could be determined by an experienced eye. It shows very closely the 25 % reflection which is quite generally conceded to be psychologically half way between black and white, but the curve brings out clearly that the color is just a little bluish, or "cool" and not strictly neutral.

The spectro-photometer most largely used in the work of the sub-committee was of the "direct-reading" type with a "constant deviation" prism. Figure 2. represents a typical optical set-up for such an instrument and renders the essential features clear.

COLOR ANALYSIS

DESCRIPTION OF SAMPLE: RED, BLUE,
AND GRAY PAINT; FLAT AND GLOSS.

DATE: 4-7-24
OBSERVER: W.C.W

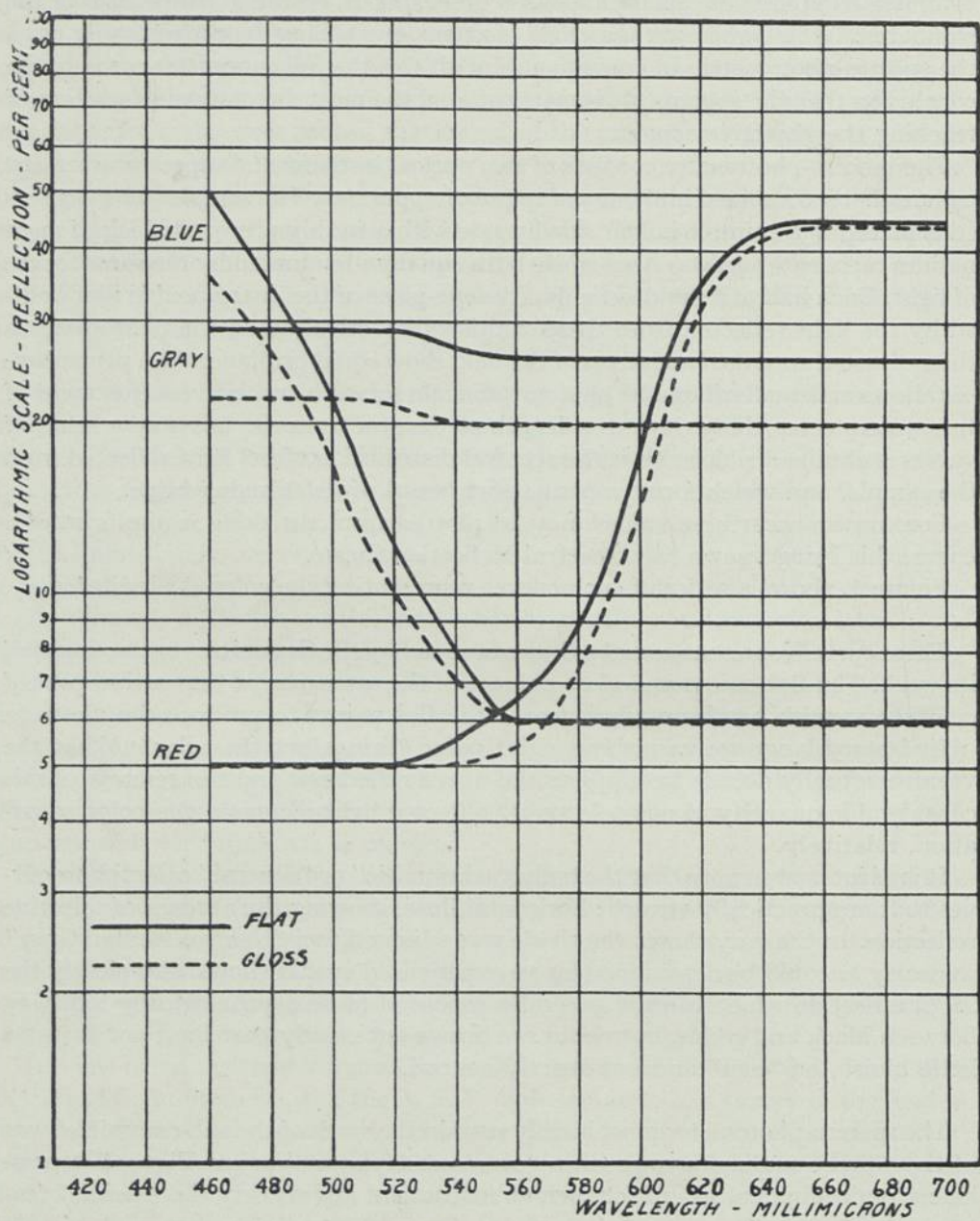
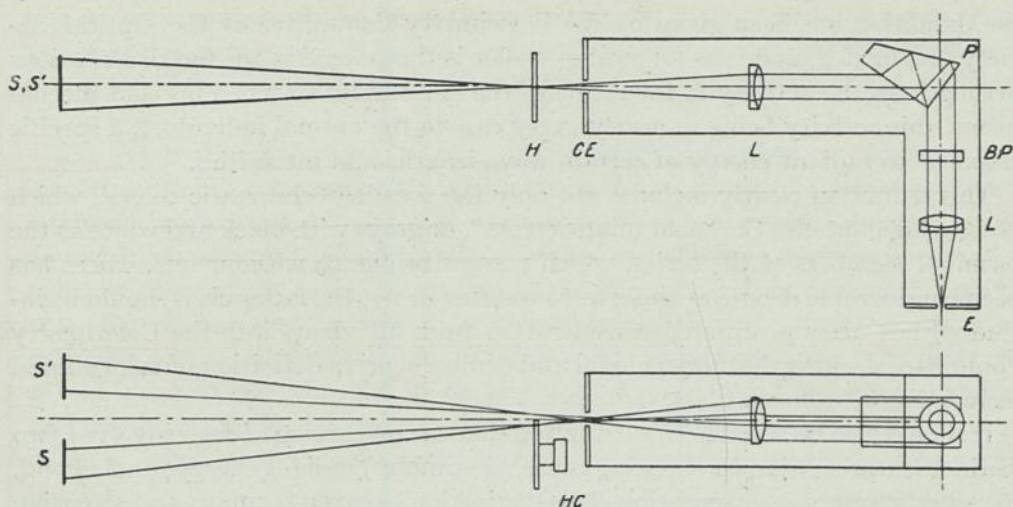


FIG. 1



TYPICAL OPTICAL SET-UP

FIG. 2

- s Standard reflecting surface.
(Block MgCO_3 having a known light reflection factor, usually 98% or better).
- s' Sample.
- H Photometer.
- hc Photometer scale, calibrated in such a manner that percentage of light reflected from standard, when standard is matched with sample, at any wave length between $440 \text{ m } \mu$ and $700 \text{ m } \mu$, may be read directly.
- ce Collimator entrance slit.
- l Collimator objective
- p Prism, mounted on a pivot, in such a manner that only homogeneous light, may be viewed through the eyepiece e. The rotation of the prism is governed by a disc, calibrated in wave lengths from $440 \text{ m } \mu$ to $700 \text{ m } \mu$, in such a manner that the wave length of the homogeneous light, viewed through e, may be read directly.
- bp Biprism.
- e Eyepiece.

One important advantage of this instrument lies in the fact that the results are the same whether the operator possesses normal color vision or not. The operator may be demonstrably deficient in color perception without impairing the accuracy of his observations.

In any rational discussion of the subject it is necessary to define color in precise terms, especially since the word is often used loosely. The best and most comprehens-

ive definition has been given by the Colorimetry Committee of the Optical Society of America, and is as follows:— "Color is the general name for all sensations arising from the activity of the retina of the eye and its attached nervous mechanisms, this activity being in nearly every case in the normal individual, a specific response to radiant energy of certain wave-lengths and intensities."

This definition clearly includes not only the so-called "chromatic colors" which possess hue, but also the "achromatic colors", or grays with black and white as the terminal members of the series, which possess brilliance without hue. There has been considerable debate at times as to whether or not the latter class should be included, but after protracted consideration from all viewpoints the Colorimetry Committee decided that any general and comprehensive definition of color should include the achromatic class.

It should also be noted in this definition that the perception of color involves two distinct features; first, the exciting cause, or stimulus, radiant energy; and second, the specific response or sensation. This distinction between stimulus and sensation as independent factors in color vision should be kept clearly in mind.

Any color may be characterized or specified in terms of three fundamental attributes, sometimes referred to as the "constants of color", which have been variously named by different authorities as Hue, Saturation and Brilliance; or Hue, Saturation and Brightness; or Hue, Purity and Luminosity; or Hue, Chroma and Value, etc. The Colorimetry Committee suggests, Hue, Saturation and Brilliance as perhaps the best terminology but whatever terminology may be preferred the main point of interest here is that this specification is wholly psychological and makes no reference whatever to the stimulus, thus establishing its independent character. Nevertheless, as stimulus and sensation generally occur together, and since a definite stimulus gives rise to a definite sensation, it is not always easy for those who are not students of colorimetry to maintain a consistent discrimination between them.

Although color, therefore, is in fact a psychological sensation, and, as such, not readily measurable, yet the stimulus or immediate cause of the sensation is easily measurable and expressible in terms of fundamental physical units. The additional fact that a definite stimulus excites the same specific response in all individuals possessing normal chromatic vision, enables us to employ the spectral reflection curve as a sound indirect measure of color.

In setting up color standards for the purpose of securing uniformity of color in any commercial commodity, the real objective desired is a fixed and definite stimulus value, this being, in fact, the only part of the complete process of color vision over which the manufacturer of the commodity can hope to exercise control.

The line of argument runs as follows: First, when a painted surface, or other object, is suitably illuminated, the incident radiant energy is reflected in a selective way; second, the inherent properties of any sample of radiant energy which determine its capacity as a color stimulus are completely specified by its spectral distribution; third, the spectral distribution is fully exhibited in the spectral reflec-

tion curve; consequently, so far as the manufacturer is concerned, the curve serves as a measure of the color of his product, and specifies the sensation that will certainly be produced in the eye of every observer who possesses normal chromatic vision.

The great value of the curve to the manufacturer of paints, or other products involving similar color problems, lies in the fact that it may be preserved indefinitely as a permanent record of the stimulus value of any original standard, and if any such standard should change in color either from long storage, exposure to light, or other cause, such change can be detected, its extent measured, and the true color restored or a correct new sample prepared, without direct comparison with any other sample whatever. In other words should a standard be destroyed or lost it can be reproduced if its curve has been preserved. The ordinary method of matching up paints by placing, side by side, a sample of the batch and a sample of the standard so that they touch along a common edge, leaves little to be desired in speed, simplicity, or accuracy, and it is difficult to conceive of any method likely to displace this one in regular production practice, but when the standards may not be either permanent or accurate the product will be subject to undesirable variation in color. It is from this suspense and uncertainty that the curve furnishes gratifying relief.

ACCURACY

In the earlier work of the sub-committee in testing out the practical usefulness of the method some two thousand curves were plotted from surfaces of various substances including colored papers, paints, leathers, linoleums and textiles. In many instances there was a definite lack of concordance between different operators working on the same samples, but after closer study of conditions it was discovered that the five instruments available to the sub-committee differed somewhat in certain details and that in addition to the selective reflection which determines the color there was included a considerable but variable amount of specular or front-face reflection which introduced serious but unsuspected errors.

This work showed clearly that the method of illumination must be closely specified — not necessarily the particular kind of light used, as any source of heterogeneous light will answer if of sufficient intensity to carry well into the dark ends of the spectrum but instruments differing in the details of their illuminating mechanism should be calibrated to correct any constant departure from true values.

Even after concordant curves were obtained there still remained some doubt in the minds of the committee members and to eliminate such doubts a severe test was devised. A series of three standard paints were prepared and painted out on clean sheet metal (tin plate); spectral reflection curves were then made and ordinary specifications drawn up, setting forth the type of paint desired and pigments to be used in each, as is customary in the paint industry, but without the

usual limiting proportions or any description of the pigments other than their commercial names.

These data were then sent to certain committee members with a request that they prepare a series of paints, as specified, adjusting the color by means of the respective curves. In other words they were requested to match a set of standard paints they had never seen and about whose color they knew nothing except as revealed by the curve. The feat was successfully accomplished by two operators, wholly independently, and is, we believe the first instance on record. With the improvement in instruments and technique that will naturally develop with wider use, no fears need be entertained either of the fundamental soundness or practical accuracy of the method.

Another important feature of the curve should be mentioned here. If two paints yield the same curve they will match under any ordinary type of illumination but the converse of this proposition is not necessarily true. Nearly all experienced color-shaders have at times seen two paints that seemed to match closely in daylight but differed widely under artificial light. Such paints yield different curves. A standard checked against the standard curve is, therefore, a true standard, which may not be the case if checked against some other sample of paint.

(For further detail see the Report of Sub-Committee XVIII in the Proceedings of the A. S. T. M. Vol. 26 — Part I — pp. 349 et seq.)

PRACTICABILITY

With instruments of the type used by the committee it takes an experienced operator from twenty to forty minutes to take the readings, and from thirty minutes to two days to prepare paint samples, according to the time required for the paint to dry. Wet samples can be run, it is true, but, in general, the color desired is as it appears on the finished job ready for service. This is of course entirely too slow for daily or hourly matching in actual production, but it is a wholly reasonable time to spend on checking up a standard to be used in daily production, especially since it requires no more than an hour or two of the operator's active attention. It is in checking up standards, therefore, that the curve will probably find its greatest practical use.

The present high cost of suitable instruments (about \$ 800 and upwards) offers a serious limitation to their wide use, and efforts are being made to produce instruments of equal precision at greatly reduced cost. In the meantime, at least one testing laboratory in New-York has established a „color service” department where single curves may be obtained at an essentially nominal figure.

Summary. An account of the salient features of the work of Sub-Committee XVIII of Com. D—1 of A. S. T. M. in demonstrating the usefulness of the spectral reflection curve in the measurement of stimulus value of paints and standardization of color has been given.

Typical examples of such curves have been shown and commented upon.

The spectro-photometer has been briefly described and a typical optical set-up exhibited.

The accuracy of the method and its practicability have been discussed and the test to demonstrate its fundamental soundness has been described.

The necessity of a definite method of illumination and proper calibration of the instrument has been emphasized.

M. Rea Paul Secretary.

c/o National Lead Co. 105 York St. Brooklijn N.Y.

June 8 1927.

THE IMPORTANCE OF STANDARD THERMOMETERS IN THE TESTING OF MATERIALS

by

W. H. FULWEILER

Chemical Engineer, The U. G. I. Contracting Company, Philadelphia, Pa. Chairman
Committee D15 on Thermometers

The influence of temperature on the characteristics and properties of engineering materials has been receiving increased attention during the last ten years.

A survey of the Specifications and Methods of Tests of the American Society for Testing Materials indicates the increasing importance of temperature and temperature measurements in the Testing of Materials.

In the 515 specifications and methods of test, it was found that temperatures were specified in 170 specifications and that in all of the methods of test temperature measurements were required.

In going over these methods one is struck by the great variation in the range of temperatures specified, from -60° C. which is required in the pour test for petroleum products up to 1400° C. in the determination of the softening point of refractory materials.

The particular temperatures specified appeared to have been chosen for a variety of reasons.

a. To represent definite conditions as determined by research under which the material should exhibit the desired properties.

b. To represent average room temperatures.

c. Chosen purely empirically and confirmed by custom.

As examples of the first class, we may cite the specifications for tempering and casehardening metals. Here, the temperatures indicate definite crystalline compounds having definite chemical structures and consequently possessing the accompanying degrees of hardness, toughness, etc.

The purity of substances used in the various tests are defined by specifying the melting or boiling points (M. P. of acetic acid, B. P. of ether, naphtha).

In the methods of chemical analysis temperature is widely used to define the required condition for carrying out the various reactions and operations such as fusion, combustion, ignition, precipitation, titration, drying, etc.

In the second class are the temperatures specified as normal room temperatures.

These cover the tests made on the ferrous and non-ferrous metals and their alloys, the resistivity of copper and other metals and the usual physical constants such as specific gravity, index of refraction, etc.

An excellent example of a temperature chosen as a matter of custom and convenience is the one to which textile materials are subjected previous to any tests being made upon them. It has been agreed that textiles shall be subjected to an atmosphere having a relative humidity of 65 percent at 70° F. (21° C).

One point appears of importance after making an analysis of this kind and that is the desirability of establishing uniformity in the temperature at which the normal characteristics of materials are to be reported. In our own work, this varies from 15.5° C. for petroleum products, vegetable oils, etc., to 20° for a number of other products; 21° for electric porcelains; 25° for a very large number of materials to 37.5° for creosote oil. It would seem highly desirable that attempts should be made to agree on a single standard.

It is evident that a single type of instrument cannot be used for measuring temperatures in the range from — 60 to + 1400° C. and in the specifications and methods of test under discussion, mercury in glass thermometers are used from the lower end of the scale up to 400° C., thermocouples from 400° to 800°, and the optical pyrometer for the higher temperatures.

In this paper our attention will be devoted to the mercury in glass thermometer.

THE ACCURACY OF GLASS THERMOMETERS

In considering the use of mercury in glass thermometers for defining temperature, we must consider the conditions that effect their accuracy and these may be divided under three heads; construction of the thermometer, calibration of the thermometer and application of the thermometer in the test.

In order that suitable accuracy may be obtained, certain requirements covering the design and the mechanical features of the construction must be fulfilled. Suitable glass must be used in the bulb; the thermometer must be properly annealed; the thermometer should be properly filled with gas if scaled above 200° C; the mercury should be clean and free from dirt; the capillary should be free from dirt or moisture and of uniform cross section and the graduation should be correct.

While many of these points are merely a question of workmanship, yet there must be included the very necessary question of suitable design and this will be discussed later at greater length.

The accurate standardization of the instrument is of course, necessary. While this is relatively easy in the case of thermometers standardized at total immersion it requires a knowledge of the average temperature of the exposed stem in the case of partial immersion thermometers.

The manner in which the thermometer is used or applied in the test in question

has a very important bearing on the possible accuracy of its registration. Thermometers may be used under three general conditions.

- a.* Where they are used primarily as thermoscopes to indicate the attainment of some fixed temperature.
- b.* Where they are used to determine the rate of change of temperature.
- c.* Where the temperatures to be measured are variable and the attainment of a specified temperature is a criterion of the test at hand.

In our testing methods we rarely use thermometers in the same manner in which they were calibrated and in many testing methods the conditions were quite different.

During calibration the thermometers are usually compared in well stirred baths where the rate of change of temperature is very slow while in use they may be exposed to stagnant air or to hydrocarbon vapors of rapidly changing temperature.

A further consideration is the manner in which the thermometers are brought into contact with the medium whose temperature is to be indicated. This may vary from complete immersion in well stirred baths to bulb immersion in unstirred petroleum products. Evidently, there are a number of factors that will effect the indication of the thermometers and these may be summarized generally as

1. the relation of the temperature of the bulb to the temperature of the medium to be measured.
2. the relation of the temperature of the stem to that of the bulb
3. the thermometric lag of the instrument.

The relation between the temperature of the bulb and the temperature of the medium may be effected by a number of circumstances, among these are the proximity of solids at a radically different temperature from the material whose temperature is to be measured, such, for instance, as the presence of the cold wall of distilling flasks, etc., and the thermal capacity of the vapors or baths which are being measured.

The effect of the walls of the container has been investigated to some extent in connection with the design of apparatus, for determining the boiling point of organic liquids, particularly the sulphur boiling point and to some extent, this effect may be estimated.

The effect of the thermal capacity and the agitation of the material surrounding the bulb of the thermometer has not been given the same amount of attention. There is data, however, to indicate that unless a bath is well stirred, there are likely to exist very steep temperature gradients particularly in viscous materials. The location of the thermometer bulb in the bath and the methods and source of heating are of considerable importance.

The temperature of the stem of the thermometer in relation to that of the bulb is a source possibly of the greatest errors in the use of thermometers in many testing methods ¹⁾. It has been well known that thermometers should be calibrated at

¹⁾ Waidner, C. W. and Mueller, E. F. J. I. E. C. 13, (1921) p. 237.

total immersion in order to secure the highest accuracy but in many testing methods it is either inconvenient or impossible to use the thermometer at total immersion so custom at least in many cases has accepted the use of a thermometer calibrated at total immersion with only a portion of the stem immersed.

While the error thus incurred may be calculated from a knowledge of the exposure of the mercury above the heated bath and its average temperature, taken as the temperature of the stem of the thermometer, it is not convenient and frequently difficult to use such a correction, for example, in a distillation method. In many cases this error is neglected.

In Table I are given some observations on the extent of the emergent stem correction that would exist if thermometers calibrated for total immersion are used partially immersed in three different tests.

TABLE I. *Stem corrections*

	Oil Bath.	Distillation of Creosote.	Open Cup Flash Test.
Approximate Immersion	76 mm.	65 mm.	13 mm.
Range° C.	0—400	0—400	0—400
Observed Temperature			
100° C.	+ 0.3° C.		+ 0.4° C.
200°	2.6	+ 2.8° C.	4.4
250°	5.4	5.6	7.6
300°	7.6	9.9	11.5
350°	12.0	15.0	

In general, we are now attempting to use thermometers calibrated for the conditions under which they are to be used so that their indications will be quite accurately true temperatures.

In the methods of testing generally, the rate of change of temperature is not sufficiently high to result in any serious error due to the lag of the instrument. In the distillation test, however, the determination of the "over point" or "first drop" is affected by the lag of the thermometer to some extent and this point must be given consideration.

We have gone to some length in discussing the factors that may affect the accuracy of the thermometers and to point out the errors that may arise due to the manner in which thermometers are applied in different testing methods, in order to show the reasons that have led to the development of thermometers carefully chosen and standardized for the different testing methods.

It is evident from the above discussion that if we expect to secure accurate results especially in the empirical methods of testing, it is necessary that the thermometers used, if, as according to the custom they do not give accurate temper-

ature indications they should at least give reproduceable indications so that laboratories under different circumstances can secure the same results. In order to do this, the thermometers must be very similar in their constructional details such as the length and diameter of the bulb, size of capillary and, therefore, the length of the graduated portion. The position of the graduated portion should be such that approximately equal lengths of the stem are exposed when used in the testing apparatus.

Suitable glass must be used and the standardization of the thermometer especially where it is calibrated under conditions of partial immersion must be accurately prescribed.

If thermometers constructed according to such specifications are used it is then possible for different laboratories to secure accurate or at least reproduceable results in the measurement of temperature.

A committee of the A. S. T. M. has been working on the problem of standardizing thermometers for a number of years. This Committee is composed of representatives of the larger thermometer manufacturers, of the Bureau of Standards and of testing laboratories. The results of their work, therefore, reflects the best thought and experience of not only the maker but also the user and the national standardizing laboratory.

As a result of their work specifications for some 17 thermometers have been prepared and are in extensive use.

Table 2 gives a summary of the specifications and Table 3 gives the complete specification for the Thermometer for the Open Cup Flash Point. This is given in full in order to show the form in which the specification is drawn up.

TABLE 2. Summary of specifications for A. S. T. M. standard thermometers

Use.	Range ° C.	Sub-division ° C.	Total Length. mm.	Immersion.	Scale Error ° C.
1. General Purposes ¹⁾	— 20 to + 150	1.0	303-307	76	0.5
2. " "	— 5 " + 300	1.0	379-383	76	1.0
3. " "	— 5 " + 400	1.0	404-408	76	1.0
4. Distillation ¹⁾ Low	0 " 300	1.0	378-384	Total	0.5
5. Distillation ¹⁾ High	0 " 400	1.0	378-384	"	1.0
6. Saybolt Viscosity ²⁾	19 " 27	0.1	252-256	"	0.1
7. " "	34 " 42	0.1	252-256	"	0.1
8. " "	49 " 57	0.1	252-256	"	0.1
9. " "	95 " 103	0.1	252-256	"	0.1
10. Softening or Melting Point Low ¹⁾	— 2 " + 80	0.2	378-384	"	0.2

¹⁾ These thermometers are also specified in Fahrenheit equivalent.

²⁾ These thermometers are also specified in Fahrenheit but not equivalent.

Use.	Range ° C.	Sub-division ° C.	Total Length. mm.	Immer-sion.	Scale Error ° C.
11. Softening or Melting Point High ¹⁾ .	+ 30 „ + 160	0.5	378-384	Total	0.3
12. Flash Test in closed App. Low ¹⁾ .	— 7 „ + 110	0.5	273-277	57	0.5
13. „ „ „ „ „ High ¹⁾ .	+ 90 „ + 370	2.0	273-277	57	1.0
14. Flash Test in open apparatus ¹⁾ . .	— 6 „ + 400	2.0	303-307	25	1.0
15. Melting Pt. of Paraffin & Petroleum ¹⁾	+ 27 „ + 71	0.1	365-371	79	0.1
16. Cloud & Pour Test-Low ¹⁾ ²⁾	— 60 „ + 20	1.0	220-224	108	0.5
17. „ „ „ „ „ High ¹⁾	— 38 „ + 50	1.0	220-224	„	0.5
18. Loss on Heating ¹⁾	+ 155 „ + 170	0.5	150-154	Total	0.5
19. Distillation of Turpentine ³⁾	+ 145 „ 200	0.2	140-155	„	0.5
20. Heating Test Tung Oil ³⁾	+ 210 „ 310	2.0	100-115	„	—

TABLE 3. *Proposed tentative specifications for A. S. T. M. thermometer for Cleveland open cup*

— 6 to + 400° C. or + 20 to + 760° F
+ Serial Designation D.

1. These specifications cover a special thermometer graduated in either Centigrade or Fahrenheit degrees as specified, the ranges being — 6 to + 400° C. or + 20 to 760° F. respectively.

2. The purpose of these specifications is to provide a thermometer for use with the Cleveland Open Cup.

3. The thermometer shall conform to the following requirements:

Type: Etched stem, glass.

Liquid: Mercury.

Range and Subdivision: — 6 to 400° C. in 2° C. + 20 to + 760° F. in 5° F.

Total length: 303 to 307 mm. (11.92 to 12.08 in.)

Stem: Plain front, enamel back, suitable thermometer tubing.

Diameter 6.0 to 7.0 mm. (0.24 to 0.28 in.)

Bulb: Corning normal or equally suitable thermometric glass.

Length: Not over 13 mm. (.51 inch).

Diameter: Not greater than stem.

Distance to — 6° C. or 20° F. Line from Bottom of Bulb: 40 to 50 mm. (1.57 to 1.97 in.)

¹⁾ These thermometers are also specified in Fahrenheit equivalent.

²⁾ This thermometer is filled with toluene.

³⁾ These thermometers are not specified in the standard form.

Distance to 400° C. or 760° F. Line from Top of Thermometer: 30 to 45 mm (1.18-1.77 in.

Filling above Mercury: Nitrogen gas.

Top Finish: Red glass ring.

Graduation: All lines, figures and letters clear cut and distinct. The first and each succeeding 10° F. line to be longer than the intermediate lines. Graduations to be numbered at each multiple of 20°.

Immersion: 25 mm one inch. The words „One inch immersion” on Fahrenheit thermometers and “25 mm immersion” on Centigrade thermometers and a line around the stem 25,4 mm or 1.00 inches above the bottom of the bulb shall be etched on the thermometer.

Special Marking: “A. S. T. M. Open Flash” a serial number and the manufacturers’ name or trade mark shall be etched on the stem.

Scale Error: The error of any point of the scale when the thermometer is standardized as provided below, shall not exceed 1° C. up to 372° C. or 2—1/2° F. up to 700° F.

Standardization: The thermometer shall be standardized at the ice point and at intervals of approximately 100° F. for 25 mm or one inch immersion and for the following temperatures of the emergent mercury column.

Thermometer Reading.		Average temperature of Emergent Mercury of Column.	
100° C.	200° F.	44° C.	110° F.
150 "	300 "	54 "	129 "
200 "	400 "	64 "	150 "
250 "	500 "	77 "	175 "
300 "	600 "	91 "	205 "
350 "	700 "	108 "	250 "

Test for Permanency of Range: After being subjected to a temperature between 360° to 370° C. or 680° to 700° F. for 24 hours, the accuracy shall be within the limits specified.

Case: The thermometer shall be supplied in a suitable case on which shall appear the marking “A. S. T. M. Open Flash, — 6 to + 400° C. or + 20 to + 760° F”.

Footnote: For the purpose of interpreting these specifications, the following definitions apply.

The total length is the overall length of the finished instrument.

The diameter is that measured with a ring gage.

The length of the bulb is the distance from the bottom of the bulb to the beginning of the enamel backing.

The top of the thermometer is the top of the finished instrument.

In Table 4 is given the standardized conditions for the partial immersion thermometers.

TABLE 4. *Average stem temperatures for standardizing partial immersion thermometers*

Reference Number. Observed Temperature.	1.	2.	3.	12.	13.	14.	15.	16.	17.
For Range							25	21	21
20° C.				20					
40				31					
50	35	35							
70				40					
100	48	49	50	48	61	44			
150	55	61			65	54			
200		70	75		71	64			
250		76			78	77			
300		80	89		87	91			
350					99	108			
400			94						3

The A. S. T. M. in its thermometer specifications has provided a standard form for identifying a particular thermometer. This standard form has been of great value both to the manufacturer and to the user, as this standard specification defines such things as length, diameter, kind of glass, etc. and gives the layman an idea of what tolerances are reasonable in accuracy, length, etc. Altogether it provides a far clearer conception of a well-made and well-designed thermometer than was ever before given with the very loose specifications previously in common use.

It may seem in these specifications that there is an unnecessary amount of detail but experience has indicated that there is reason for all of the requirements.

The annealing of thermometers, especially those to be used at temperatures above 200° C. is of very great importance and a considerable amount of research work had been done on the determination of the proper annealing temperatures, soaking time and rate of cooling. There is some evidence to indicate the possibility that treatment adequate for the removal of optical strain does not necessarily leave the glass in suitable conditions for use in a high temperature thermometer.

In view of the fact that probably every manufacturer of thermometers has developed through his own experience a schedule for annealing that gives satisfactory results the Committee has not attempted to prescribe a method of annealing but merely to prescribe the result and this is covered in the test for permanency of range. This test usually requires that the thermometer should be held for 2 hours at a temperature of from 30 to 40° below the maximum registration temperature without loss of accuracy.

The thermometric glasses used in the United States under these specifications are quite generally those manufactured by the Corning Glass Company.

The Corning borosilicate (G 80) and Corning normal (G 81) are glasses which are practically identical with the earlier and well known Jena borosilicate 59''' and Jena 16''' normal. The borosilicate glass is designed for thermometers where higher temperatures must be met whereas the normal glass is used for lower temperature ranges and for clinical thermometers. As in the case of Jena glasses thermometer bulbs made from these glasses have a very small depression of the ice point. Both of these glasses can be considered as quite stable thereby maintaining a greater permanency in their physical characteristics than would be expected of ordinary glasses.

The stem glass used in connection with the "normal" bulb glass is known as G4C. This is a soda-lead glass somewhat softer than the normal and borosilicate glasses and is more suitable for machine drawing than either of the others. Greater uniformity and control of the bore under the machine method of drawing together with the fact that this glass is satisfactory for sealing to the normal glass makes a good combination for thermometer manufacture.

In the first specifications for distillation thermometers, a test requirement for the determination of lag was used. It was found after a number of years that by proper design this requirement could be eliminated. In the present distillation thermometer, and this is the only type in which lag is important, the observed lag is between 1.5" and 2.9" and experience has demonstrated that this is satisfactory¹⁾.

In some cases the sizes may seem somewhat irregular but this has been due to the desire of the Committees that had prepared the original testing method to retain as closely as possible the general character of thermometers that had been used for a number of years.

While it may be necessary to develop several more specifications for special tests it is believed that the present specifications will cover the requirements for nearly all the methods of testing. For example, the general purpose thermometers are suitable for all temperature determinations where special thermometers are not required as for baths, air temperatures, etc. The low distillation thermometer is used for natural gas, gasoline, motor gasoline, paint thinners, etc. The high distillation thermometers are used for gas oil, road tars, creosote, etc.

Experience during the last ten years with these standardized thermometers especially where they have been used in the empirical methods of testing has indicated their very great advantage, both from the viewpoint of the manufacturer of the standardizing laboratory and from the user in the testing laboratory.

From the viewpoint of the manufacturer, they have the following advantages.

1. It gives him authority which cannot be disputed for listing and advertising for sale a line of thermometers made for certain apparatus and for certain usage and complying with recognized specifications.

¹⁾ Bulletin, Bureau of Standards, Vol. 8, p. 662.

2. The buyer of such thermometers must accept them, providing they fulfill the requirements of the specifications. This prevents disputes, but also makes it necessary for the manufacturer to meet the requirements of the specifications.

3. Standardized thermometers for different tests discourage designing of special thermometers. Manufacturers avoid, wherever possible, the making up of so-called specials, since they entail heavy expense and require much time. Before the Committee on Petroleum Products wrote specifications for testing petroleum products, every petroleum chemist had his own idea as to what constituted an ideal instrument. The manufacturer called upon to make such special instruments was either forced to sell at a loss, or to charge what seemed an exorbitant price. The adoption of the standardized thermometer has practically done away with this evil.

4. Standardized thermometers allow the manufacturer to stock up and produce on a quantity basis. This allows him to operate far more efficiently than when each order requires a different procedure. Thus a comparatively rigid specification, which on first trial results in loss of material and introduces a high initial cost, can eventually be adhered to, since repeated trial makes the operator more proficient in his particular operation.

5. The use of standardized thermometers by any one industry tends to influence other industries to do likewise.

6. The manufacturer in making up thermometers, requires standardized instruments to point and check his product. Formerly, a so-called standard set of thermometers was used. Experience has shown, however, that it is much more satisfactory to compare a thermometer being manufactured against a so-called "like" standard than to use a common standard for every different type of thermometer. It is now possible, in view of the volume of production of certain standardized thermometers, for the manufacturer to provide himself with a set of like standards, these thermometers having been properly standardized at the Bureau of Standards. Thus thermometers can be pointed more accurately and more efficiently.

Finally, standard specifications for thermometers are of great value to the manufacturer of instruments other than thermometers, in which the thermometers are used. In the days before standardization, an instrument might be properly made, but would give widely varying results, due to the fact that at one time one design of thermometer was used and then a different type of thermometer was substituted for the one originally used. This resulted in a failure of the instrument to give uniform results. The manufacturer of an instrument made according to specifications can now be assured that this instrument will always give uniform results if the proper standard thermometer is used.

From the viewpoint of the standardizing laboratory, the use of standard thermometers permits the attainment of somewhat greater accuracy with less loss of time than where the instruments are of varying dimensions. It permits the use of carefully calibrated like standards. In the case of the partial immersion thermometers, the specifications for the average steam temperatures permit very accurate calibration.

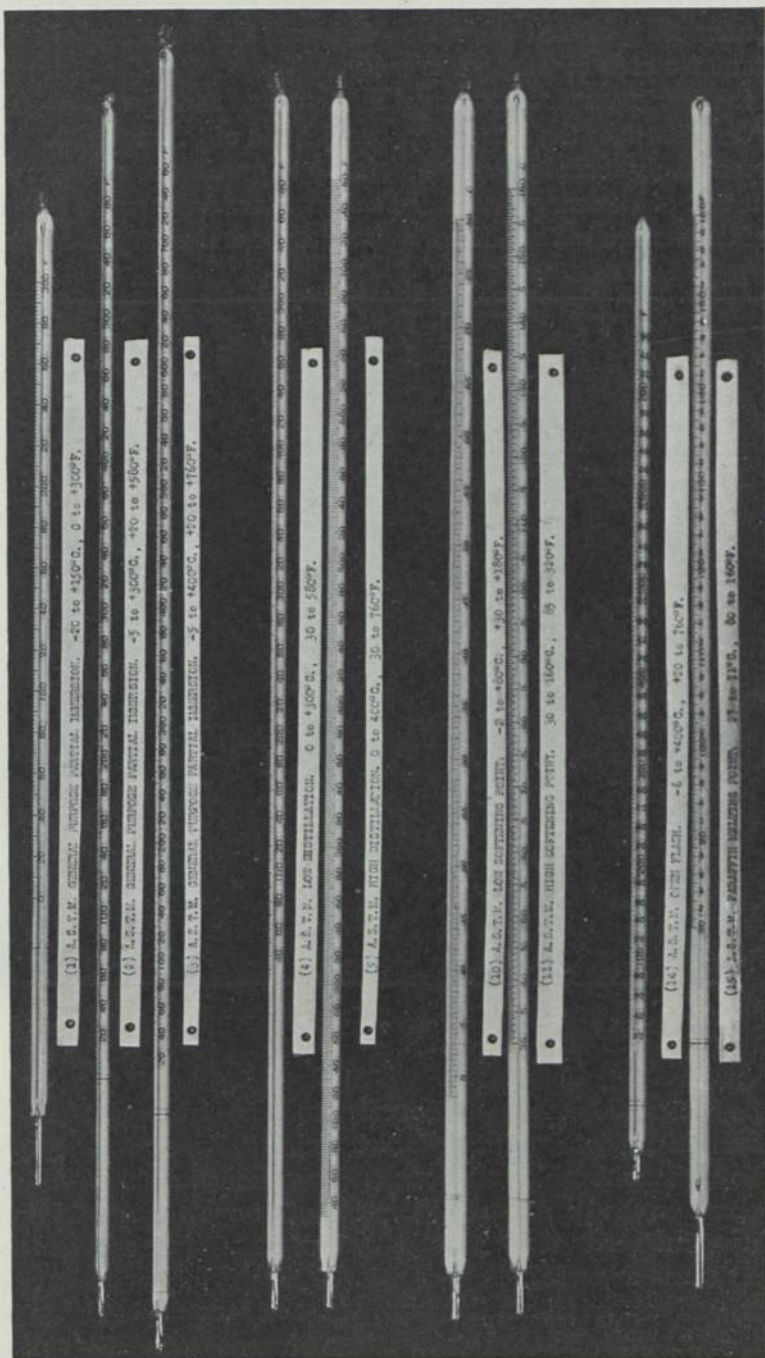


Fig. 1

From the standpoint of the user in the testing laboratory, they have probably the greatest advantage in that their use will insure the accuracy of some of the most important features of the test, namely, the control of the temperature. It will prevent the careless use of improper thermometers and by so doing will avoid many costly disputes over the acceptance or rejection of the material.

Until comparatively recent years the majority of purchasers gave very little attention to the test of bituminous material shipments and depended largely on the trade name of the material as a sufficient guarantee of uniformity. Increasing know

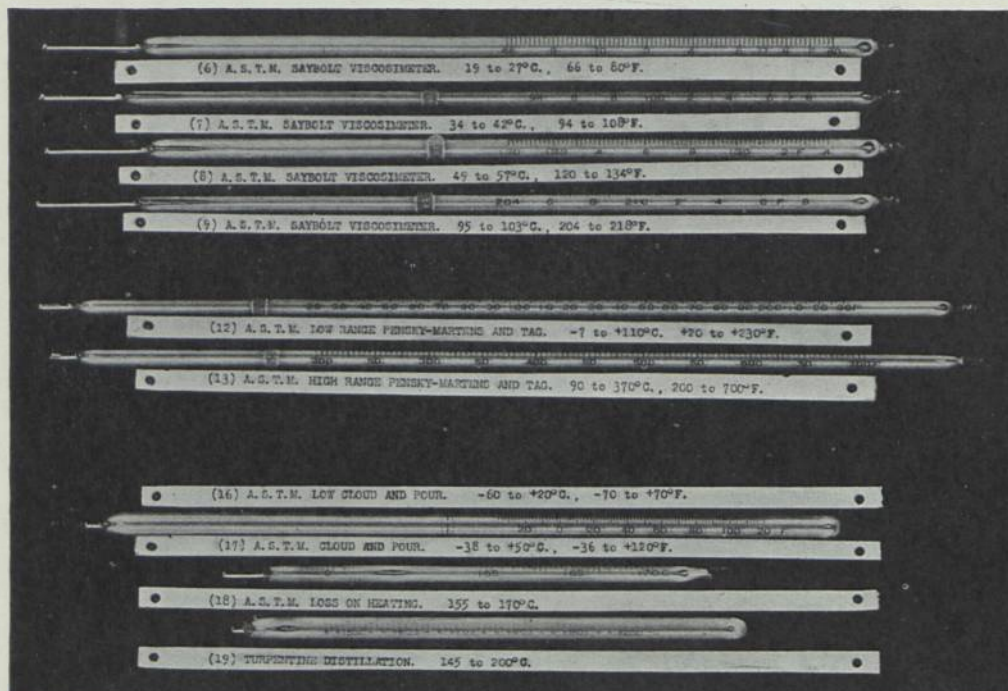


FIG. 2

ledge of the properties of these materials has led to more rigid specifications and to the establishment of many laboratories for certifying to the conformity of the product to specification under which purchase is made. It is probable that in no other tests of products does the thermometer play such an important part as in the testing of bituminous materials, since practically every test of these products involves the use of a thermometer of high precision.

The softening point test is a case in point. This test is applied to large variety of pitches and asphalts for which the specification range is frequently quite narrow. Differences in accuracy and even of the dimensions, scale lengths and size of bulb open the possibility of serious disputes.

In the distillation test for creosote oil, the temperature is carried to a relatively high point (355° C.) which is sufficient to completely destroy the accuracy of a poorly constructed or improperly annealed instrument, and this very occurrence has led to serious differences between the results of two laboratories, since it not only reflects on the distillation range of the material but also upon the test of residue.

Due to the care with which the specifications have been drawn, the thermometers are of a far better quality than the average laboratory type thermometer; are more accurate; their registration is more dependable and requires less frequent checking.

With the use of a few standardized thermometers, the laboratory is not required to carry so many different styles of thermometers.

Another very important point from the viewpoint of the user is the fact that by having a set of standard thermometers carefully calibrated by a national standardizing laboratory, the individual laboratory can very readily and accurately check their working thermometers.

This use of like standards has already been covered but it is again pointed out that it is of particular interest to the testing engineer.

A photograph of the standard A. S. T. M. thermometers as described in Table 2 is attached to this report.

SUMMARY

We have pointed out the very great and growing importance of the temperature measurements in testing materials.

The errors that may occur in the mercury in glass thermometers in measuring temperature have been discussed. A number of standardized thermometers for different types of testing have been described and the manifold advantages from the use of such standardized thermometers for the testing of materials have been given, from the viewpoint of the manufacturer of thermometers; from the standardizing laboratory and from the user in the testing laboratory.

DISCUSSION

Ir. CD. F. STORK, Hengelo

Are there in Europe any specifications for the testing of thermometers?

Mr. W. H. FULWEILER

I do not think that any of the continental methods of testing has a complete specification for the thermometer. It is usually described as a "suitable" thermometer and its length is given.

I would particularly call attention to the form in which the specification is written. We consider this very important.

Mr. E. NORLIN, Stockholm

asks Mr. Fulweiler about his experience according to the altering of the reading of thermometers especially those used for calorimetric estimations.

Mr. W. H. FULWEILER,

The great variation in the reading of thermometers was the cause of the formation of the committee. The thermometers if they pass the test for Permanency of Range as required in the specification will remain constant in their registration. I do not know how long, as the thermometers are usually broken too soon.

TABLE ALPHABÉTIQUE DES NOMS D'AUTEURS
ET TABLEAU DES RAPPORTS

TABLE ALPHABÉTIQUE DES NOMS D'AUTEURS ET TABLEAU DES RAPPORTS

Noms	Titres des rapports	Tome	Page
Mc Adam, D. J.	Fatigue and corrosion-fatigue of metals	I	305
Arkel, Dr. A. E. van	Über das Wesen der Rekristallisationskerne	I	157
Baes, Prof. Ing. L. et L. Vandeperre	Compression simple et flambement des piliers en béton armé	II	18
Bash, F. E. and J. W. Harsch	Durability tests of nickel chrome resistor materials.	I	463
Benedicks, Prof. C. and H. Löfquist	Present knowledge regarding slag (solid non-metallic) in- clusions in iron and steel	I	265
Bertella, Ing. C. A.	Petite note sur la résilience	I	259
Blom, Dr. A. V.	Über Rostschutzanstriche.	II	581
Booze, M. C.	Recent developments in the testing of refractories.	II	371
Burchartz, Prof. H.	Das Verfahren zur Prüfung von Ziegelsteinen auf Druckfes- tigkeit	II	315
"	Strassenbaumaterial	II	398
Calkins, Ing. W. B. and A. C. Fieldner, W. H. Fulweiler and W. Selvig	Testing of coal and coke	II	641
Cellerier, F.	Viellissement artificiel des bois. Différenciation des bois verts et des bois vieux ou artificiellement vieillis	II	539
Chatelier, H. le et A. Duhameaux	Le ciment alumineux	II	208
Chechot, Ing. V. L.	Viscosity testing of petroleum	II	447
Corelli, Dr. M.	La fragilité des métaux employés dans les constructions aéronautiques à chaud et à froid	I	479
Crum, Ing. R. W.	Design of concrete mixtures	II	32
Daeves, Dr. Ing. K.	Auswertung und Auswertungsmöglichkeit von Material- prüfungsdaten	I	551
Davis, Prof. R. E.	Volumetric changes in Portland cement mortars and con- cretes due to changes other than variations in temperature	II	145
Dustin, Prof. H. et Ing. D. Rosenthal	Calcul rationnel des éléments d'un assemblage soudé	I	523
Dutron, R.	Recherches sur le dosage rationnel des mortiers et des bétons	II	252
Emperger, Dr. Ing. F.	Hochwertiger Stahl für Druckglieder aus Eisenbeton	II	8
Féret, R.	Méthode proposée pour les essais de résistance des liants hydrauliques	II	127

Noms	Titres des rapports	Tome	Page
Forcella, Dr. F.	La métallographie microscopique en relation avec les essais de résilience et de durée	I	229
Forest, A. V. de	Use and development of magnetic analysis in the United States	I	489
Füchsel, M.	Schweissungen und Schweissbarkeit	I	501
Fulweiler, Ing. W. H.	The importance of standard thermometers in the testing of materials	II	698
Gállik, Dr. Ing. St.	Stand der Frage der hochwertigen Baustähle in Ungarn . .	I	83
Gehler, Prof. Dr. Ing. W.	Festigkeitsproben der Zemente, mit Einschluss von Raumbeständigkeit und Schwinden	II	106
Gilles, Ing. G.	Rapport sur les essais des fibres isolantes entrant dans la constitution des joints isolants pour circuits de voie. . .	II	503
González, Ing. F.	Voir: „Laboratorio de Ingenieros Militares, Madrid”. . .	II	280
Graf, Prof. O.	Bauholz	II	517
Grün, Dr. R.	Beton im Meerwasser.	II	184
Hägermann, Dr. G.	Über die Methoden zur Gütebewertung von Zement. . . .	II	61
Hilliger, Dr. Ing.	Die Prüfung der Schmiermittel in Deutschland.	II	437
Ingalls, F. P.	The use of the spectral reflection curve as a practical method of specifying, recording, and verifying the color of paint and other color standards	II	689
Joye, Prof. P.	Les phénomènes thermiques de la prise du ciment Portland	II	219
Kallauner, Prof. Dr. Ing. O.	Vorschläge zu einigen einheitlichen keramischen Untersuchungsmethoden	II	338
Kerékgyárto, Dr. Ing. G.	Das Verdrehen der Metallstäbe	I	581
Kindscher, Prof. Dr. E.	Fortschritte der Chemie und der chemischen Prüfung des Kautschucks	II	487
Kloes, Prof. J. A. van der	L'influence de la composition du mortier et de la qualité des pierres sur la résistance de la maçonnerie aux intempéries	II	309
Klokner, Prof. Ing. F.	Augmentation de la résistance du béton et du mortier avec l'âge	II	75
Körber, Prof. Dr. F.	Das Problem der Streckgrenze	I	39
Laboratorio de Ingenieros militares, Madrid	L'essai rapide de gélimité des pierres	II	280
Lucas, F. F.	A resume of the development and application of high-power metallography and the ultra-violet microscope	I	123
Lundgren, A.	Testing of hardened steel	I	177
Lynch, T. D.	Materials testing as a stimulus to research.	I	1
Maddalena, Dr. Ing. L.	Étude pétrographique de certains grès pour déterminer leur résistance aux intempéries	II	275
Magnel, G.	Contribution à l'étude des bétons	II	139
Maillart, Ing. R.	Druckbeanspruchung und Biegung	II	13
Marschalkó, Ing. B. von und I. Barna	Neue Methoden zur Beurteilung und Bewertung von Ölen.	II	415
Mathews, Dr. J. A.	The corrosion resistant ferrous alloys	I	103

Noms	Titres des rapports	Tome	Page
Matthis, Ing. A. R.	Contribution à l'étude des huiles pour turbines, des huiles pour transformateurs et des huiles pour automobiles. . . .	II	469
Memmler, Prof. K.	Prüfung und Eichung von Festigkeitsprobiermaschinen . .	I	537
Mesnager, A.	Limites de rupture et de déformation permanente. . . .	I	15
Meyer, Ing. E. V.	Cell concrete	II	233
Michel, A. et J. Cournot	Contribution à l'étude de la viscosité à chaud. Application à divers métaux et alliages	I	397
Moore, H. F.	The fatigue of metals	I	297
Nellensteijn, Dr. Ing. F. J.	Neuere Asphalttheorien	II	684
Newlin, J. A.	Origin and development of A. S. T. M. tests and specifications for timber	II	567
Nieuwenburg, Prof. Dr. C. J. van	Progress in refractory materials	II	359
Norbury, Dr. A. L.	The transverse testing of cast iron	I	385
Norlin, E.	Die Prüfung der Widerstandsfähigkeit der Mineralöle, speziell der Transformatorenöle, gegen die Oxydation durch Luft	II	428
"	Testing coal at the government testing institute of Sweden	II	674
Piwowarsky, E.	Über den Verschleisswiderstand des phosphorhaltigen Graugusses	I	373
Pomey, Ing. J. et Ing. P. Voulet	Nouvelle machine à mesurer la dureté	I	191
Portevin, A.	Rapport sur les essais mécaniques des pièces en fonte moulées	I	359
Probst, Prof. Dr. Ing. E.	Probleme des Eisenbetons	II	1
Rabozée, Prof. H. J.	Influence du traitement thermique et du traitement mécanique sur la résistance de l'acier aux efforts répétés . . .	I	291
"	Retrait et dilatation du béton. Résultats d'expérience. . .	II	167
Rohn, Dr. W.	Hitzebeständige Legierungen	I	389
Roš, Prof. Dr. M.	Der heutige Stand der Festigkeitsprüfung von Zementen nach Normen	II	85
Rosenhain, Dr. W.	The plastic deformation and fracture of metals	I	59
Rossem, Dr. Ing. A. van, and Ing. H. van der Meyden	Plasticity and elasticity of rubber	II	479
Salmang, Dr. Ing. H.	Die Prüfung feuerfester Stoffe	II	365
Schläpfer, Prof. Dr. P.	Neuere Gesichtspunkte über die Ausführung von Brennstoffuntersuchungen	II	664
Schlyter, Ing. R.	Methods for and results of rocktests for road making purposes	II	375
"	The strength of Swedish redwood timber (pine) and its dependence on moisture-content and apparent specific gravity	II	526
	(Voir la discussion du rapport de M. le Prof. Graf).		
Schob, Prof. A.	Kritische Übersicht über die gebräuchlichen Methoden der mechanisch-technologischen Kautschuckprüfung hinsichtlich ihrer Eignung zu stoffkundlicher Forschung und praktischer Auswertung	II	495

Noms	Titres des rapports	Tome	Page
Schulz-Kirchmöser, Dr. M.	Eisenrost und Eisenschutz	II	592
Schwinning, Prof. Dr. W.	Untersuchungen zur Erforschung der Kerbschlagprobe und Gesichtspunkte für die Normung dieses Prüfungsverfahrens	I	207
Schwezew, Prof. B.	Die Errungenschaften der U.S.S.R. auf dem Gebiete der Erforschung und der Herstellung von silikathaltigen Baumaterialien im letzten Jahrzehnt	II	240
Sonderegger, A.	Stand, Ziele und Probleme der Gas- und Lichtbogenschweissung.	I	513
Spindel, Ing. M.	Prüfung der Abnutzung	I	161
Stäger, Dr. H.	Potentialmessungen an nichtrostenden Stählen	I	111
„	Untersuchungen an Dampfturbinenölen.	II	457
Steccanella, Ing. A.	Les essais de résilience dans la réception des matériaux destinés à la construction et à la réparation du matériel roulant des chemins de fer italiens	I	253
Steuer, Prof. Dr. A.	Bericht über Wetterbeständigkeit der Gesteine	II	263
Surleau, A.	Note sur la protection contre les fumées de locomotives des ouvrages métalliques ou en béton armé	II	625
Toutain, Ing. L.	Essais de réception des rails	I	569
Veen, Dr. Ing. A. L. W. E. van der	Die ursprünglichen Gesteinsarten niederländischer Bauten alter Zeit, deren Entstehung, Herkunft und Verwitterung	II	267
Visser, Prof. Ing. Ch. K.	Der Einfluss des Brennverfahrens auf Raumgewicht und spezifisches Gewicht von Ziegelsteinen	II	321
Walker, P. H.	Some methods of testing paint and varnish materials . . .	II	603
Welter, Dr. Ing. G.	Die Elastizität von Metallen und Legierungen	I	559
White, Prof. A. E.	Properties of ferrous metals at elevated temperatures as determined by short-time tensile and expansion tests . .	I	431
Wirtz, Ing. F. C.	Über Steinkohle	II	656
Wolff, Dr. Ing. E. B. and Ing. L. J. G. van Ewijk	On some elastic properties of laminated wood for constructional purposes	II	551
Wolterbeek, Ing. C.	Examination of reinforced concrete structures near the sea in the Dutch East-Indies	II	172
Woog, Prof. P.	Observations sur les mesures du coefficient de frottement des huiles de graissage	II	409

APPENDICE

COMITÉ D'HONNEUR

- Son Excellence le Ministre du Travail, du Commerce et de l'Industrie. La Haye.
Son Excellence le Ministre des Colonies, La Haye.
Son Excellence le Ministre de l'Instruction Publique, La Haye.
Son Excellence le Ministre du Waterstaat, La Haye.
Le Jhr. Mr. Dr. A. Röell, Gouverneur de la Province Noord-Holland.
W. de Vlugt, Bourgmestre de la ville d'Amsterdam.
Mr. Dr. J. Wytema, Bourgmestre de la ville de Rotterdam.
Mr. J. A. N. Patijn, Bourgmestre de la ville de la Haye.
F. M. Wibaut, Échevin, Amsterdam.
S. Rodrigues de Miranda, Échevin, Amsterdam.
J. ter Haar Jr., Échevin, Amsterdam.
Le Rector Magnificus de l'Université d'Amsterdam.
Le Rector Magnificus de l'École Supérieure Technique de Delft.
J. C. Bellaar Spruit, Président de l'Association de Directeurs d'usines d'Électricité des Pays-Bas, Maastricht.
Dr. H. P. Berlage, Architecte, La Haye.
E. Heldring, Président de la Chambre de Commerce, Amsterdam.
Dr. Ir. G. W. van Heukelom, Président de l'Association d'Ingénieurs sortis de Delft, Bilthoven.
Ir. F. K. T. van Iterson, Directeur des Mines de l'État, Maastricht.
Ir. J. A. Kalff, Directeur des Chemins de fer néerlandais, Utrecht.
J. A. van der Kloes, Ancien Professeur de l'École Supérieure Technique, Delft.
Ir. J. E. F. de Kok, Directeur de la Société néerlandaise pour l'exploitation de sources à pétrole dans les Indes néerlandaises.
Dr. Ir. J. Kraus, Président-Curateur de l'École Supérieure Technique de Delft, La Haye.
Dr. Ir. C. Lely, Ancien Ministre du Waterstaat, La Haye.
Ir. J. Muysken, Directeur des ateliers de construction néerlandais „Werkspoor”, Amsterdam.
A. F. Philips, Directeur des Usines Philips, Eindhoven.
Dr. F. E. Posthuma, Ancien Ministre du Commerce, La Haye.
Ir. J. J. Stieltjes, Président de l'Institut Royal d'Ingénieurs, La Haye.
Dr. Ir. H. Wortman, Directeur-Général des Travaux pour le colmatage de la „Zuiderzee”, La Haye.
Dr. F. G. Waller, Président de la fédération des Industriels néerlandais, Delft.

COMITÉ DU CONGRÈS

- Ir. Cd. F. Stork, Directeur des Usines Stork frères, Hengelo. Président du Congrès.
- Prof. Ir. W. H. A. van Alphen de Veer, Professeur à l'École Supérieure Technique de Bandoeng, (Indes néerlandaises), Leiden.
- G. C. Beltman, Lieutenant-Colonel du Génie, Amsterdam.
- Ir. L. Bienfait, du Laboratoire pour l'Essai des Matériaux „Koning et Bienfait”, Amsterdam.
- Ir. A. A. Boon, Président du „Betonbond”, Amsterdam.
- Prof. Dr. L. H. Le Cosquino de Bussy, Directeur du Musée de Commerce de l'Institut Royal Colonial, Amsterdam.
- Ir. B. M. Gratama, Président du Comité Central pour la Normalisation, La Haye.
- Le Baron A. H. v. Hardenbroek van Ammerstol, Industriel, Heemstede.
- F. K. J. Heringa, du Ministère du Travail, du Commerce et de l'Industrie, La Haye.
- Ir. D. A. van Heyst, Ingénieur en Chef-Directeur, Rijkswaterstaat, La Haye.
- Dr. G. Holst, Directeur du Laboratoire Physique des Usines Philips, Eindhoven.
- Ir. J. G. Fol, de la Société Internationale pour le caoutchouc et les autres cultures des Indes néerlandaises, La Haye.
- Ir. J. E. Inckel, Directeur du Bureau Technique du Ministère des Colonies, La Haye.
- Ir. P. Joosting, Ingénieur en Chef des chemins de fer néerlandais, Utrecht.
- A. van de Koppel, Industriel, Zeist.
- Ir. J. Lely, Directeur des Travaux Publics, La Haye.
- Ir. W. C. van Manen, Directeur de la Société hollandaise pour le Béton armé, La Haye.
- Prof. Dr. Ir. C. J. van Nieuwenburg, Professeur à l'École Supérieure Technique de Delft.
- Prof. L. A. van Royen, Professeur à l'École Supérieure Technique de Delft.
- Le Jhr. M. J. Y. de Jonge van Ellemeest, Directeur du Service de l'Inspection des Constructions et des Habitations, Rotterdam.
- Ir. R. A. v. Sandick, Secrétaire-Général de l'Institut Royal d'Ingénieurs, La Haye.
- Ir. W. Meyer Timmerman Thyssen, Président de l'Association des Entrepreneurs néerlandais, Amsterdam.
- Ir. M. E. H. Tjaden, Directeur du Service de l'Inspection des Constructions et des Habitations, Amsterdam.
- Prof. Ir. Chr. K. Visser, Professeur à l'École Supérieure Technique de Delft.
- Ir. P. J. Ott de Vries, Ancien Directeur du Département des Travaux Publics des Indes néerlandaises, La Haye.
- Ir. P. F. van der Wallen, Industriel, Den Briel.
- Dr. Ir. E. B. Wolff, Directeur de l'Institut aérotechnique de l'État, Amsterdam.
- C. J. Ph. Zaalberg, Directeur-Général du Travail, La Haye.

COMITÉ D'ORGANISATION

Ir. M. E. H. Tjaden.
Ir. P. F. van der Wallen.
Dr. Ir. E. B. Wolff.
Ir. F. E. Samson (Secrétaire).

Secrétariat: Valckenierstraat 2, Amsterdam. Teleph. 52200.

LISTE DES PARTICIPANTS

A

- 440 AANNEMINGS MIJ. v/H. FIRMA H. F. BOERSMA, N.V. NED., Den Haag.
 424 AARST, H. VAN, Voorz. Coop. Ver. v. Ned. IJzergieterijen „Covny”, Bussum.
 121 ABEL, LEOPOLD, Bridge engineer, Stockholm State Railways of Sweden. Stockholm.
 177 ABRAMOFF, Prof. N. M., Directeur du Laboratoire des essais des Matériaux à l'Institut Polytechnique du Don. Novotscherkask.
 431 ABRAMS, D. A., Dir. of Research Intern. Cement Corporation. New-York.
 248 ADAM, P. Ing., Chef du Service Central de la Cie des Chemins de fer de Paris à Orleans. Paris (XIIIe).
 208 ALLAR, EDOUARD Ing., Dir. de l'Association Lyonnaise des propriétaires d'appareils à vapeur. Lyon (France).
 280 ALLGEMEINE ELECTRIZITÄTS GESELLSCHAFT. Berlin.
 43 ALPHEN DE VEER, Prof. W. v., Membre du Comité du Congrès. Leiderdorp.
 38 AMSEL, Dr. Untersuchungsamt für Mal.- u. Anstrichmaterialien. Kiel.
 1 AMSLER, W., Fabrik für Material-Prüfungsmaschinen. Schaffhausen (S.).
 141 ANDERSON, Ing. DAV., Aktiebolaget Armerad Betong. Malmö.
 162 ANDOYER, Chef du Laboratoire du Réseau du Nord. Paris.
 217 ANSTETT, Ing. FRÉDÉR., Chef du Laboratoire d'essais des Matériaux de la ville de Paris. Paris.
 ANTWERPEN. BURGEMEESTER EN SCHEPENEN DER GEM.
 75 ARKEL, DR. A. E. VAN, PHILIPS Fabrieken. Eindhoven.
 411 ARTIGNAN, Ing. Princ, chargé des essais etc. du réseau du Nord. Paris.
 78 ARTILLERIE INRICHTINGEN. Hembrug (Zaandam).

B

- 205 BAES, Prof. LOUIS. Prof. de résistance des matériaux à l'Université de Bruxelles, Ixelles-Bruxelles.
 432 BAIN, E. C., Metallurgist Union Carbide & Carbon Res. Laboratories. Long Islandcity. (N.-Y.).
 54 BAKKER, J. A., Ing. Afd. Chef b. d. Gemeentewerken. Rotterdam.
 444 BAKKER SCHUT, Ing. C. J., Amsterdam.
 86 BAMFORD, P. G., Sheffield (Engl.).
 140 BARTEL, DR. J., Techn. Dir. der Rimamurány-Salgotarjányer Eisenwerks A.G. Budapest V.
 474 BATAAFSCHE PETROLEUM MIJ., LABORAT. DER. Amsterdam.
 329 BAUCKE, Chem. Ing. H. Amsterdam.
 372 BAYKOFF, Prof. A., Leningrad.
 104 BELJAEFF, Prof. N. M., Union S. S. R., Leningrad.
 61 BELLAAR SPRUIT, J. G., Membre du Comité d'honneur du Congrès, Maastricht.
 417 BENDEL, Dr. Ing. L., Zürich.
 46 BENEDICKS, Prof. C. Metallografiska Institutet, Stockholm.

- 18 BERG, D. v. D., Hilversum.
 430 BERTELLA, Ing. C., Capo del Laborat. del R. Arsenale. La Spezzia.
 426 BESSER, Geheimer Baurat, Ministerialrat im Reichsverkehrministerium, Berlin.
 6 BETON IJZER MIJ. v/H. WANING & Co., KON. ROTTERD., Rotterdam.
 468 BETON MIJ. v/H. BEGRAM, v. EETEN & DE BRUIJNE., Amsterdam.
 405 BEUSEKOM, Mevr. VAN, Membre du Comité de Dames, Amsterdam.
 370 BIEMOND, Ing. C., Publieke Werken, Amsterdam.
 272 BIENFAIT, Ing. J. L., Ing. b. d. Firma KONING & BIENFAIT. Amsterdam.
 16 BIENFAIT, Ing. L., Membre du Comité du Congrès. Amsterdam.
 378 BIEZENO, Prof. Ing. C. B., Prof. à l'École Sup. Techn. de Delft. Delft.
 253 BIGET, F., Ing. Cie des Chem. de fer de l'Est. Paris.
 433 BINGHAM, Prof. E. C., Prof. of Chemistry Lafayette College. Easton (Un. St.).
 271 BISCHOFF, Dr. RICH., Deutsche Edel-Stahlwerke Duisburg A. G. Duisburg.
 196 BJÖRKMAN, Dir. A., Stockholm.
 299 BJÖRNSTAD, Dir. E. M. N. I. F. Trondjem Norges Tekniske Höiskoles Provningsanstalt. Trondhjem.
 64 BLOM, B. Dir. Ned. Cement Syndicaat. Den Haag.
 116 BLOM, DR. A. V., Zürich.
 401 BOCK, Ing. Fr., Verein Deutscher Giessereifachleute, Berlin.
 356 BOGOSLAWSKY, N., Ingénieur des ponts et chaussées, Leningrad.
 306 BOHNSZEWICZ, Fabriksdirektor Baurat von, (Firma Losenhausenwerk Düsseldorf Maschinenbau A. G., Düsseldorf).
 398 BONDOLFI, Ing. F., Associazione Nazionale Industriali Meccanici, Milano.
 250 BONET, P., Ing. en Chef honoraire de l'Association des propriétaires d'appareils à vap eur du Nord de la France. Lille.
 279 BONNET, A., Directeur de l'Office central des Bois des grands Réseaux français, Paris.
 386 BOON, Ing. A. A., Membre du Comité du Congrès. Amsterdam.
 455 BOUW- EN WONINGTOEZICHT, GEM. Amsterdam.
 96 BOUW- EN WONINGTOEZICHT, GEM. Den Haag.
 5 BRAGGAAR, A. C., Scheeps- en werktuigkundig expert. Amsterdam.
 414 BRANDSMA, Dr. Ing. W. F., Nat. Laborat. der N.V. Philips Gloeilampenfabrieken, Eindhoven.
 413 BRANDWEER, COMMANDANT DER. Amsterdam.
 144 BRENNER, Dr. Ing. PAUL, Deutsche Versuchanst. für Luftfahrt, Berlin-Adlershof.
 219 BRESZTOVSKY, Prof. Dr. Ing. BÉLA. Budapest I.
 209 BRITISH NON-FERROUS METALS RESEARCH ASSOCIATION, Bucks (Engl.).
 339 BRÜCKNER, von, Chemins de fer Roumains, Bukarest.
 273 BRUGMANS, Prof. H., Membre du Comité d'honneur. Amsterdam.
 246 BRUZZO Ing. LORENZO, des Acieries BRUZZO de Gênes. Roma.
 531 BURCHARTZ, Prof. H., Berlin—Dahlem.
 123 BURGERS, Prof. Dr. J. M., Delft.
 169 BURZER'S BETON- EN WATERBOUW, N. V.: H., den Haag.
 292 BUSINARI, Ing. FERRUCCIO, Ispettore Capo Sup. Direzione Gen. F. S. Servizio Lavori. Roma.
 344 BUURMAN, Ing. A. J. Delft.

C

- 243 CALISEW, Prof. Dr. Ing. K., Direktor der Materialprüfungsanstalt an der techn. Fakultät der Universität in Zagreb. Zagreb (Yugo-Slavien).
 139 CANDLOT, CHARLES. Fabricant de ciment Portland. Paris.
 303 CARTON, LÉONHARD, Ing. Civil. Tournai.

- 247 CATALDI, Sig. Barone Ing. GIULIANO. Società Anonima Italiana per la produzione calce e cementi. Roma.
- 422 CATH, Dr. P. G., Philipsfabrieken. Eindhoven.
- 174 CELLERIER, F. Directeur du Laboratoire d'Essai du Conservatoire N'al des Arts et Métiers. Paris.
- 154 CHAGNOUX, L. Ing., Chef du Service du Contrôle du réseau P. O. Paris.
- 310 CHAPOCHNIKOFF, Prof. N. Leningrad.
- 113 CHARLEMAGNE, Ing. du Contrôle des Travaux extérieurs du réseau P. L. M. Paris.
- 101 CHATELIER, HENRY LE. Paris.
- 527 CHECHOT, V. L., Insp. Eng. at the Atlantic Refinery Co. Philadelphia.
- 172 CHRISTMANN, Dr. Ing. Rhein. Dampfkessel Überwachungs Verein. Düsseldorf a/Rh.
- 369 CLERX, Ing. J. W., Publieke Werken, Amsterdam.
- 255 COLIN, Ing. M., Chargé du Contrôle des fabrications à la compagnie des Chemins de fer P. L. M. Paris.
- 465 COMPANIA GRÁL. DE ASFALTOS Y PORTLAND ASLAND. Barcelona.
- 232 CONRAD, Dipl. Ing. H., Obering. Rhätische Bahn. (Chur (S)).
- 408 CORELLI, Dr. MASANIELLO, Roma.
- 473 COSANDIER, Ing. P., Schweizerische Bundesbahnen. Bern.
- 570 COUWELAAR, Ing. VAN, Leeraar Midd. Techn. School. Amsterdam.
- 102 COWAN, WM. A., Brooklyn (U. S. A.).
- 442 COX., W. & T., Avery Ltd. Birmingham.
- 379 CROMPVOETS, Ing. J. P., Afd. Kennis en Onderz. v. Bouwstoffen Technische Hoogeschool. Delft.
- 396 CURTI, Ing. R., Associazione Nazionale Industriali Meccanici. Milano.
- 301 CZAKÓ, Prof. Dr. A., Prof. d. Techn. Hochschule. Budapest.

D

- 270 DAEVES, Dr. Ing. KARL, Vereinigte Stahlwerke A. G. Düsseldorf.
- 571 DARTREY, Lewis. Sheffield.
- 560 DAVIDENKOFF, Prof., Leningrad.
- 22 DAVIS, A. C., Managing Director Associated Portland Cement Manufacturers Ltd. London
- 251 DELACOUR, A., Ing. en Chef de l'Association des propriétaires d'appareils de vapeur du Nord de la France. Lille.
- 288 DEMMLER, PAUL E., Westinghouse Electric & Mfg Co. East Pittsburgh U. S. A.
- 151 DESCROIX, LOUIS, Dir. Admin. de la Revue de Métallurgie, Paris.
- 542 DESOER, Ing. A., Société d'Ougrée-Marihaye, Ougrée.
- 148 DEUTSCH, Dipl. Ing. W., Deutscher Verband für die Materialprüfungen der Technik. Berlin.
- 108 DIKKERS & Co., G., Machinefabriek. Hengelo.
- 245 DINAM, Chef du laboratoire du Réseau de l'État. Paris.
- 558 DIRKZWAGER, S., Architect. Rotterdam.
- 257 DOLK, H. C. M., Secr. der Vereeniging van Ned. Schelpkalkfabrieken. Leiden.
- 35 DRESDEN, D., Prof. à l'École Sup. Technique de Delft. den Haag.
- 175 DRIESSEN, Ing. Ch. H. J., Utrecht.
- 192 DUPUY, Dr. EUGÈNE L., Ing. attaché à la Direction des Usines St. Jacques. Monluçon, Allier.
- 314 DUSTIN, Prof. H., Dir. du Laboratoire de l'Université libre de Bruxelles. Ixelles-Bruxelles.
- 186 DUTRON, R., Directeur technique du Groupement Professionnel des Fabricants de Ciment Portland artificiel de Belgique. Bruxelles.
- 171 DWARS & VERHEY, Ingenieursbureau. Amersfoort.

E

- 166 EICHINGER, Ing. A., Eidgen. Mat. Prüfungsamt. Zürich.
 350 ELECTRICITEITSWERKEN, GEM., AMSTERDAM.
 11 ELECTRICITEITSBEDRIJVEN IN NEDERLAND, Centr. Bureau v. d. Ver. v. Dir. Maastricht.
 383 ELLERBECK, Dr. Ing. Ministerialrat. Berlin.
 13 EMMEN, Ing. J., Landsgebouwen. Rotterdam.
 92 EMPERGER, Dr. Ing. FRITZ, Technische Hochschule. Wien.
 575 ESSER, Dr., Aachen.
 445 EWYJK, Ing. L. J. G. VAN, Rijksstudiedienst v/d Luchtvaart. Bussum.

F

- 480 FABRY, OBERINSPEKTOR S VON, Diósgyőr (Hongrie).
 137 FÉRET, R. Chef du Laboratoire des Ponts et Chaussées. Boulogne sur Mer.
 291 FERRERI Ing. ERNESTO, Ispettore Capo Superiore, Direzione Generale F. S. Servizio e Trazione. Firenze.
 397 FERRETTI, Ing. E., Associazione Nazionale Industriali Meccanici. Milaan.
 197 FLESSEMAN JR., Ing. E., Bureau voor techn. adv. FLESSEMAN & STIGTER. Amsterdam.
 115 FOL, Ing. J. G. Membre du Comité du Congrès. Den Haag.
 296 FORCELLA, Dott PIETRO. Ispettore Capo R. Istituto Sperimentale delle Comunicazione (Sezione ferroviaria). Roma.
 194 FORSSEL, Prof. CARL, Svenska Betongforenngen. Stockholm.
 183 FOWLER, Sir HENRY. Chief Mechanical Engineer L. M. & S. Railway. Derby.
 183bis FOWLER, G. ERIC. Derby.
 320 FRANZ, Obering. HERMAN. Stahlwerk Becker A. G. Willich, Kreis Krefeld.
 268 DE FREMERY, W. H. N. Inspecteur van den Haven-arbeid. Amsterdam.
 206 FUCHS, KARL. Staatsministerium des Innern. München.
 93 FÜCHSEL, MAX. Reichsbahnoberrat. Berlin.
 195 FULWEILER, W. HERBERT. Chemical Engineer, United Gass Improvement Co. Philadelphia U. S. A.

G

- 29 GÁLLIK, Dr. Ing. h. c. STÉF., Staatssekretär Stellvertreter a. D. Budapest.
 351 GASFABRIEKEN. GEM. AMSTERDAM.
 374 GAVOTTI, G., Sezione del Genio Aeronautico di Roma. Roma.
 193 GAVRIAN, PAUL LE, Ministère des travaux Publics. Paris.
 57 GEHLER, Prof. Dr. Ing. W., Dir. des Staatl. Versuchs- und Mat. prüfungsamtes Dresden. Dresden.
 428 GELBERT, Ing. H., Farbenindustrie. Ludwigshafen.
 470 GELUK, A. VAN, Amsterdam.
 97 GEMEENTE WERKEN. Utrecht.
 265 GÉRARD, G., Association belge de Standardisation, Bruxelles.
 285 GESSNER, Dr. Ing. AUG., Prof. der Deutschen Technischen Hochschule Prag I.
 GILLES, Ing. G., Ing. Princ. des Chemins de fer du Midi, Toulouse.
 458 GOES, W. Amsterdam.
 158 GONZÁLEZ, Ing. Militar FÉLIX, Laboratorio de Ingenieros Militares. Madrid.
 218 GORSCHLÜTER, FRITZ, Hüttendirektor der Börsig Werke, Hindenburg (D.).
 406 GRAAF, Mevt. de, Membre du Comité de Dames. Amsterdam.
 558 GRAAF, Ing. W. A. DE, Hoofding. b. d. Publieke Werken. Amsterdam.
 423 GRAAFF, Ing. A. de, Philipsfabrieken. Eindhoven.

- 127 GRAATZ, Dr. Ing., Deutsche Luft Hansa A. G. Berlin-Staaken.
 76 GRADL, Obering., p/a Mannesmannröhren Werke Abt. SCHULZ KNAUDT Duisburg Mannheim. Hückingen.
 42 GRAF, Prof. OTTO, Leiter der Abteilung für das Bauwesen an der Materialprüfungsanstalt, Stuttgart. Stuttgart.
 252 GRANDEL, P., Président de l'Association des propriétaires d'appareils à vapeur du Nord de la France. Lille.
 213 GRANDMAITRE, Dir. de l'Université du Travail. Charleroi.
 19 GRATAMA, Ing. B. M., Membre du Comité du Congrès. Den Haag.
 184 GREGER, Prof. Ing. OTTO. Wien.
 15 GROEN, Ing. D. M. te, Utrecht.
 425 GROSSMANN. Betonwerk GROSSMANN & HENNERSDORFF. Leipzig.
 434 GROSSMANN, Ing. M. A., Metallurgical Eng. United Alloy Steel Corporation. Chic. (Un. St.).
 286 GRÜN, Dr. RICHARD, Direktor am Forschungsinstitut der Hüttenzementindustrie. Düsseldorf.
 216 GUTTMANN, Dr. A. Dir. des Forschungsinstitutes des Vereins Deutscher Eisenportlandzementwerke. Düsseldorf.

H

- 261 HAEGERMANN, Dr. GUST., Leiter des Laboratoriums des Vereins Deutscher Portlandzementfabrikanten. Berlin.
 269 HAEGHEM, J. F. VAN DER, Union des ingénieurs sortis des écoles spéciales de Louvain. Bruxelles.
 516 HAEGSMAN, N., Berlin.
 377 HAMBURGER, Dr. L. Den Haag.
 412 HANDELSINRICHTINGEN, Dir. DER. Amsterdam.
 469 HANEMAN, Prof. Dr. Ing. I., Technische Hochschule. Berlin-Charlottenburg.
 27 HARDENBROEK v. AMMERSTOL, A. H. Baron VAN, Membre du Comité du Congrès. Harlem.
 165 HAWRANCK, Dr. Ing. ALFRED, Deutsche Technische Hochschule. Brünn (Czecho-Slov.)
 326 HECHT, Dr. HANS, Chem. Laboratorium für Tonindustrie und Tonindustrie-Zeitung. Berlin.
 178 „HEEMAF“, Hengelo (O.).
 371 VAN HEEMSKERK VAN BEEST, Ing. Jhr. E., Publieke Werken. Amsterdam.
 56 HEIDEPRINN, Dir. EUGEN, Gleiwitz Dampfkessel Riv. Verein. Gleiwitz (Deutschl.).
 40 HELDRING, E., Membre du comité d'honneur du Congrès. Amsterdam.
 20 HERINGA, F. K. J., Membre du Comité d'honneur du Congrès. Den Haag.
 107 HERMAN, Ing. Laboratoire de la fabrique nationale d'armes de guerre. Herstal-lez-Liège.
 100 HERMANN, Ing. G. F., Sektionschef im Ministerium f. öffentliche Arbeiten. Prag (Czecho-Slov).
 475 HERT, Ing. J. B., N.V. CHRISTIANI & NIELSEN's Gewapend Beton Mij. 's-Gravenhage.
 446 HEUFF, Ing. A. C. G., Amsterdam.
 36 HEUKELOM, Dr. G. W. VAN, Membre du Comité d'honneur du congrès. Bilthoven.
 460 HEIJENBROEK, H., Blaricum.
 334 Heyning, Ing. C. T. C., IJmuiden.
 58 HILLIGER, Dr. Ing., Dr. jur. Obering. der Deuts. Petr. A. G. Berlin-Schöneberg.
 211 HOEK, Ing. J. J. G. VAN., N.V. Wernink's Beton Mij. Leiden.
 68 HOETTE, F., Int. Onafhankelijk Techn. Bureau, Rotterdam.
 23 HOLL. MIJ. TOT HET MAKEN v. WERKEN IN GEW. BETON. Den Haag.
 28 HOLSBOER, Ing. L. N., Dir. Gemeentewerken. Utrecht.

- 335 HOLTSCHMIDT, Baurat., Baudeputation, Sektion für Strom-und Hafenbauvertreter. Hamburg.
- 79 HONEGGER, Dr. Ing. E., Privatdozent a. d. E. T. H. Zürich.
- 10 HONIG, B. A., Dir. v. d. N. V. „Meteoor“. De Steeg (G.).
- 308 HÖNIGSBERG, Zivil Ing. OTTO., Geschäftsführendes Vorstandsmitglied des Öst. Verbandes für die Materialprüfungen der Technik. Wien.
- 167 HÜBEL, Prof. Ing. HEINRICH, Custos des Bautechn. Laboratoriums v. d. Techn. Bundeslehranstalt. Wien.
- 164 HUBER, Dr. Ing. KARL, Techn. Hochschule Mech. Techn. Laboratorium. München.
- 239 HUBER, Dr. Inż. M. T., Professor Politechniki. Lwów (Polen).
- 436 HUMPERDINCK, Dr. C., Hüttendirektor. Mitglied des Vereins Deutscher Giessereifachleute. Berlin.
- 201 HYDE, E., Ing. Dir. du Service des Essais des Chemins de fer. Bruxelles.

I

- 69 INCKEL, Ing. J. E., Membre du Comité du Congrès. Den Haag.
- 419 ISASI, E. DE, Ingeniero de caminos, Bilbao.
- 49 ITERSON, Prof. Ing. F. K. TH., Membre du Comité d'honneur du Congrès. Heerlen.

J

- 31 JAGER, W. G. R. DE, Delft.
- 99 JANOUŠEK, Oberbaurat Ing., A., Vorstand der Abt. 10 im Czechosl. Ministerium für Öffentl. Arbeiten. Prag. (Czecho-Slov).
- 33 JANSSEN VAN RAAY, Prof. W. H. Z., Membre du Comité d'honneur du Congrès. Delft.
- 110 JAREŠ, Dr. V., Prof. an der Techn. Hochschule. Prag. (Czecho-Slov).
- 321 JEPSON, Ing. Hj., i/Fa. A.B. Armerad Betong. Malmö. (Schweden).
- 83 JOHANSEN, ERNST, New England Oil Refining Co. Fall Rivers Mass. U. S. A.
- 283 JOHANSSON, Prof. ARVID, Technische Hochschule Stockholm. Djursholm.
- 415 JONAS, Dr. B., Laborat. N.V. PHILIPS Gloeil.fabr., Eindhoven.
- 387 JONGE VAN ELLEMEET, M. J. Y. DE, Membre du Comité du Congrès. Rotterdam.
- 59 JOOSTING, Ing. P., Membre du comité du Congrès. Utrecht.
- 223 JOYE, Prof. P., Université de Fribourg. Fribourg (Suisse).
- 8 JURRIAANSE, J. H. Rotterdam.

K

- 32 KALFF, Ing. J. A., Membre du Comité d'honneur du Congrès. Utrecht.
- 189 KALLAUNER, Prof. Dr. Techn. Ing. O., Leiter der Staatl. Forschungsanstalt Silikat-Industrie. Brünn (Czecho-Slov).
- 72 KAYSER, Prof. H., Mitglied des Deutschen Beton Vereins. Darmstadt.
- 262 KAZINCZY, Obering, G. V., Budapest.
- 161 KEEL, Prof. C. F., Direktor des Schweizerischen Acetylen-Vereins. Basel (S).
- 155 KEELHOFF, F., Direct. du Labor. de Résistance des Matér. de l'Université. Gand (Belg).
- 439 KERÉKGYÁRTÓ, Dr. G., Ministère royal hongrois du Commerce, Budapest.
- 145 KILDEMOES, Ing. kapitän M. N., Gentofte (Dänemark).
- 176 KINDSCHER, Prof. Dr. ERICH, Staatl. Materialprüfungsamt. Berlin-Lichterfelde.
- 277 KIRÁLY, KÁLMÁN, Baurat der Hauptstadt Budapest. Budapest.
- 319 KISS, Inspector dipl. Ing. EUGEN, Baudirektion der Kön. Ungarischen Staatsbahnen in Budapest. Budapest.

- 50 KIST, Prof. Ing. N. C., Technische Hoogeschool Delft, Den Haag.
 229 KJERRMAN, Obering B. A/B. Svenska Kullagerfabriken, Göteborg.
 284 KLOKNER, Prof. Ing. F., Böhmsche Techn. Hochschule, Prag.
 437 KLUGE, Dr. Ing. K., Wien IV.
 416 KNEISEL, Dr., Höver bei Hannover.
 332 KOČÁREK, Ing. JOSEPH, S. A. des Anciens établissements Skoda, Plzeň.
 67 KOCH, Obering. E., I. G. Farbenindustrie A. G. Ludwigshafen a/Rh.
 360 KONDOW, Prof. YASUO, Ausserordentl. Prof. Bauingenieurabteilung, Kaiserl. Universität. Kioto. (Japan).
 313 KORÁNYI, Dr. Ing. IMRE, Obering der ung. Eisenbahnen, Budapest.
 14 KÖRBER, Prof. Dr. F., Direktor des Kaiser Wilhelm Institutes für Eisenforschung, Düsseldorf.
 200 KORN, Ing. OTTO, Österr. Beton Verein, Wien.
 553 KRAL, A., Ljubljana. (Polen).
 511 KRAMER, P. T., Leeraar M. T. S. Amsterdam.
 34 KRAUS, Prof. Dr. Ing. J., Membre du comité d'honneur du Congrès, Den Haag.
 331 KRIZ, Dr. ANTOINE, Dir. du Laboratoire de recherche de la S. A. des anciens Établissements Skoda à Plzeň, Plzeň.
 84 KÜHL, Prof. Dr. HANS, Zement- und mörteltechnisches Laboratorium, Berlin-Lichterfelde.
 190 KÜHNEL, Dr. Ing. REINH., Reichsbahnrat, Regierungsbaurat a.D. Berlin-Friedenau.
 472 KÜHNER, Dr. Ing. O., Göppingen.

L

- 82 LACHTINN, Prof. N., Institut der Silikaten, Moscou.
 138 LAGRANGE, D., Administrateur Délégué de la S. A. La Soudure Électrique Autogène, Forest-Bruxelles.
 395 LAMPL BAURAT HUGO, Kgl. ung. Ackerbauministerium, Budapest.
 244 LAMY, J. Ing. Chef du Service du Contrôle aux Usines des chemins de fer de l'État, Paris.
 264 LAPPERT RUD., Baurat der Hauptstadt Budapest, Budapest.
 129 LARSEN, Ing. PAUL, Kopenhagen.
 327 LECLERC DU SABLON, Ing. Principal aux Chemins de fer du Midi, Toulouse.
 290 LEERSUM, A. G. VAN, Ned. Mij. voor Weegwerktuigen Avery Ltd. Amsterdam.
 447 LEEUW, Ing. A. DE., Amsterdam.
 263 LEEUWENBURG, R., Principal Surveyor Lloyd's Register of Shipping, Rotterdam.
 24 LELY Dr. Ing. C., Membre du Comité d'honneur du Congrès, Den Haag.
 448 LEM, Ing. D. IJ. Amsterdam.
 85 LEON, Prof. Dr. ALFONS, Technische Hochschule, Graz (Oesterreich).
 366 LEOPOLD, R. den Haag.
 402 LINDSTRÖM, Prof. SWANTE, Göteborg.
 188 LOBRY DE BRUYN, Dr. C. A., Chemisch Techn. Laboratorium, Amsterdam.
 556 LOEBEL, A., Amsterdam.
 368 LOHR, Ing. P., Hoofding. b. d. Publieke Werken, Amsterdam.
 302 LOMAN, R. Den Haag.
 235 LOUDENBECK, H. C., Westinghouse Air Brake Comp. Wilmerding Pa. (U. S. A.)
 336 LUBBERS, Ing. A. Den Haag.
 103 LUCAS, FRANCIS F., Belle Telephone Laboratoires Inc., New-York.
 220 LYNCH, T. D., Manager, Materials and Proces Engineering Department „Westinghouse“ Electric and Manufacturing Co. East-Pittsburgh Pa.

M

- 467 MAAS GEESTERANUS, Ing. W., Bedrijfsing. „Werkspoor“. Amsterdam.
- 294 MADDALENA, Dr. Ing. L., Ispettore Capo Superiore R. Instit. Sperimentale. Roma.
- 153 MAGNEL G., Chargé de Cours à l'université de Gand, Dir. du Labor. de Béton armé. Gand.
- 89 MAILLART, Ing. R., Maillart & Cie. Genf.
- 66 MALMBERG, G., Suratrammar. (Sweden).
- 293 MALTESE, Ing. F., Ispettore Capo Sup. Direzione Generale F. S., Servizio Lavori. Roma.
- 25 MANEN, Ing. W. C. VAN, Membre du Comité du Congrès, Scheveningen.
- 105 MANOUILOFF, Prof. A. M., Laborat. mécanique de l'Institut des Ing. de Transport. Moscou.
- 152 MARNEFFE, Prof. A. DE, Université de Liège, Esneux (Belg.).
- 112 MARQUEIJROL, Ing. Conseil chargé du Laborat. du Réseau P. L. M., Paris.
- 322 MARSCHALKÓ, Ing. BÉLA VON, Techn. Rat der kön. Post and Telegraf-Direktion, Leiter der Chemischen Abteilung der Telegraf-technischen Versuchsanstalt. Budapest.
- 87 MARTZ, Dr. E., Portland Zementfabrik, Laufen (Schweiz.).
- 478 MATTHAES, Dr. Ing. K., Institut für Metallurgie und Werkstoffkunde. Dresden.
- 256 MATTHIS, Ing. A. R., Ing. Chef de Service des ateliers de Constructions Electr. de Charleroi. Marcinelle (Belg.).
- 362 MAUSCH, Dr. Ing. W., Forschungslaborator, der S. O. U. und S. S. W. Act. Ges. Berlin-Siemensstadt.
- 457 MAZZA, Ing. AD. Genova.
- 403 MEHRTENS, Ing. J. Berlin.
- 143 MEISSNER, Dr. Ing. K. L., Deutsche Versuchsanstalt für Luftfahrt, Berlin—Charlottenburg.
- 300 MEMMLER, Prof. Ing., Direktor im Staatl. Material-prüfungsamt. Berlin—Dahlem.
- 337 MERENTZU, C., Sous-directeur Général des Chemins de fer roumains. Bukarest.
- 373 MERKLEN, Ing. Ing. en chef honoraire, chargé de mission par les grands réseaux français pour l'étude des rails.
- 3 MESNAGER, A., Membre de la comm. techn. du Laborat. d'Essai du Conservatoire nation. des arts et métiers. Paris.
- 427 MEIJER, Ing. A., BROWN BOVERI & CIE. A.G. Baden (Schweiz).
- 73 MEIJER, Ing. ERIK V., CHRISTIANI & NIELSEN, Kopenhagen.
- 459 MEIJER, Dr. Ing. H., Vereinigte Stahlwerke A.G. AUGUST THYSSEN HÜTTE. Hamborn.
- 449 MEIJERS, Ing. G. J., Amsterdam.
- 385 MICHAL, M., Biviers.
- 118 MICHEL, A., Établ. Jac. Holtzer. Unieux—Loire.
- 47 MIRANDA, S. R. RODRIGUES DE, Membre du comité d'honneur du Congrès, Amsterdam.
- 451 MIRANDA, RODRIGUES DE, Technisch Student, Amsterdam.
- 381 MISÁNGYI, Prof. Dr. Ing. W., Prof. der Techn. Hochschule. Budapest I.
- 119 MITTENDORF, B., Dir. des Pommerschen Vereins zur Überwachung von Dampfkesseln. Stettin.
- 128 MOHR, Dr. Ing. F., Mannheimer Maschinenfabrik. Mannheim.
- 333 MOLDENKE, Dr. R., Watchung (N.Y.)
- 120 MOLIN, E., Chemical Engineer Swedish State Railways. Stockholm.
- 130 MÖLLER, Ing. C. A., F. L. SMIDTH & Co. A. G. Kopenhagen.
- 363 MOOSER, Ing. W., Ing. chimiste, Eerste Ned. Cement Industrie. Maastricht.
Société de ciment Portland Asland Barcelona.
Cimenteries et Briquetteries Réunies, Anvers. Visé. (Belg.)
- 191 MOSER, Dr. Ing. M., Vorstand der Probiranstalt und Abnahmezentrale der FRIEDRICH KRUPP A. G. Essen.
- 574 MUYSKEN, J. JR., „Werkspoor“. Amsterdam.

N

- 80 NEDERLAND, „Stoomvaart Mij.”. Amsterdam.
 466 „NEDERLANDIA”, Bouwindustrie Mij. Nebima. Haarlem.
 345 NELEMANS, Ing. H. A. D., Den Haag.
 341 NELLESTEIJN, Dr. Ing. F. J., Scheik.-Ing. Delft.
 328 NEUCHATEL ASPHALT COMP. LTD. Amsterdam.
 281 NIELSEN, Ing. F. L., Chief engineer of the Danish State Railways. Kopenhagen.
 41 NIEUWENBURG, Prof. Dr. C. J. VAN, Membre du Comité du Congrès, Delft.
 187 NORMALISATIE IN NEDERLAND, HOOFDCOMMISSIE VOOR DE . 's-Gravenhage.
 515 NORBURY, A. L., The British Cast Iron Research Association. Birmingham.
 94 NORLIN, E., Governm. Testing Inst., of Sweden. Stockholm.

O

- 342 OCTROOIRAAD. Den Haag.
 53 OERTEL, Dr. Ing., STAHLWERK BECKER, A. G., Willich.
 212 OETTINGER, Dr. E., Allg. Electr. Ges. Berlin.
 325 OHL, M., Insp. divisionaire, chargé du Laborat. des Ateliers principaux de Bischheim. Strasbourg.
 462 OKHUIZEN, Ing. D., 's-Gravenhage.
 330 ORTHAUS, Magistratsbaurat, WAIJSS & FREIJTAG A. G., Frankfurt a/M.

P

- 435 PAANS, F. J., N. V. Imp. & Exp. Mij. „Oranje Nassau”. Den Haag.
 207 PANISSET, S. G. S., Associated Portland Cement Man. Ltd. Londen S. W.
 9 VAN PANTHALEON VAN ECK, Ing. F. M., Ing. van den weg bij de Ned. Spoorwegen. Rotterdam.
 156 PATTE, Ing. G., Ing. principal, Chef des Services du matériel fixe et des constructions métalliques de la Cie. des chemins de fer de l'Est. Paris.
 297 PERFETTI, Ing. A., Ispettore principale R. Instit. Sperimentale delle Comunicazioni, Sezione ferroviaria. Roma.
 275 PETERSEN, Dr. Ing., Geschäftsführendes Vorstandsmitglied des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute. Düsseldorf.
 71 PETRIJ, Dr. Ing. W., Regier. Baumeister, geschäftsführendes Vorstandsmitglied des Deutschen Betonvereins. Obercassel-Siegbkreis.
 376 PFEIFFER, E., Duisburg.
 180 PILDER, Ing. A., Chef-ingenieur. Techn. Oberinspector der Rum. Staatsbahnen. Bukarest.
 340 POLIZU, Rum. Staatsbahnen. Bukarest.
 242 POMEIJ, Ing. J., Ing. aux aciéries de Firminy. Firminy.
 150 PORTEVIN, A., Secrét. Général de la Revue de Métallurgie. Paris.
 44 POSTHUMA, Dr. F. E., Membre du Comité d'honneur du Congrès. 's-Gravenhage.
 375 POULIE, C. F., Dir. Mij. „De Fijnhouthandel”. Amsterdam.
 382 POUlsen, A., Anc. Supérieur en chef des Travaux Publiques Hydrauliques de l'État danois. Kopenhagen.
 76 PROBST, Prof. Dr. Ing. E., Technische Hochschule. Karlsruhe.
 274 PROCTOR, G., Ing. Dozent am Polytechn. Institut zu Ivanovo-Wozniessensk U. D. S. S. R.
 456 PUBLIEKE WERKEN. DIRECTEUR VAN, Amsterdam.

Q

- 230 QUACK, W., I. G. Farbenindustrie. A. G. Bitterfeld.

R

- 429 RABBENO, G., Colonel du Génie de la Marine italienne.
 185 RABOZÉE, Prof. H. J., Dir. du Laborat. d'Essai des Matériaux de l'École Militaire. Bruxelles.
 114 RAPATZ, Dr. Ing. F., Düsseldorf.
 236 REICHARDT, Ing. W., Berlin.
 450 RENS, L. J., Delft.
 421 REIJNAUD, Ing. ARMCO EISEN, Köln.
 111 RICHNER, F., Au Wildegg. (Schweiz.)
 399 RIEKHOFF, Dr. Ing. W., Baurat. der Baudeputation, Hamburg.
 65 RIEPERT, Baurat. Dr., Charlottenburg.
 233 ROBIN, E., Société nat. des chemins de fer vicinaux de Belgique, Bruxelles.
 168 ROHN, Dr. W., Heraeus Vacuumschmelze A. G. Hanau a/M.
 309 ROMANOWICZ, Prof. Dr. H., Versuchsanstalt für Bau- und Maschinenmaterial, Stellvertreter des geschäftsführenden Vorstandsmitgliedes. Wien IX.
 131 RÖNNE, Ing. E. Kopenhagen.
 91 ROOS AF HJELMSÄTER, Prof. J. O., Statens Provningsanstalt. Stockholm.
 443 ROOS, J. L. DE, N. V. „Vereenigde Industrieën". Rotterdam.
 228 ROPSIJ, P., Président de l'Association technique de Fonderie de Belgique. Merxem-lez-Anvers.
 126 ROŠ, Prof. Dr. M., Eidg. Materialprüfungsanstalt. Zürich.
 202 ROSENHAIN, Dr. W. (F. R. S.), Nat. Phys. Laboratory. Teddington, Middlesex.
 547 ROSENTHAL, Ing. D., Bruxelles.
 287 ROSSEM, Dr. Ing. A. VAN, Rijksvoorlichtingsdienst ten behoeve van den Rubberhandel en de Rubbernijverheid. Delft.
 365 ROSTHORN, O. VON, Miesenbach (Nieder Österreich).
 318 ROTTER, Ing., Abteilungsleiter der kön. Ung. Staatsbahnen. Budapest VI.
 55 ROIJEN, Dr. H. J. VAN, Hörde.
 4 ROIJEN, Prof. L. A. VAN, Membre du Comité du Congrès. 's-Gravenhage.

S

- 267 SAKCHAROW, Ing. P., Ingénieur en chef, Directeur du Laborat., mécanique du Comité scientifique technique du Commissariat du peuple des voies de communication, Moscou.
 160 SALMANG, Dr. Ing. H., Dozent an der Techn. Hochschule. Aachen.
 393 SAMSON, Ing. F. E., Membre du Comité d'Organisation du Congrès, Secrétaire, Amsterdam.
 147 SANITER, E. H., General Manager Steel Peech and Tozer. Strafford.
 48 SAUTER, L. H. A. M., Cokesfabr. Staatsmijn Emma. Heerlen.
 124 SAVKOFF, Prof. Zentral Aero-Hydrod. Institut. Moscou.
 278 SCHÄFFER, I., Baurat der Hauptstadt B. Budapest VIII.
 438 SCHIMMEL, Ing. A., Hirsch Kupfer- & Messingwerke, Messingwerk b. Eberswalde. Potsdam.
 418 SCHINDLER, C., Dir. der Portlandzementwerke Heidelberg-Mannheim-Stuttgart Akt. Ges. Weisenau bei Mainz.
 37 SCHIRZ, Ing. O., Obering. im Reichsverband der Automobilindustrie. Berlin.
 259 SCHJERBECK, O. E., Direktor der Dänischen staatl. Prüfungsanstalt. Kopenhagen.
 347 SCHLÄPPER, Prof. Dr. P. Zürich.
 476 SCHLICHTING, Ministerialrat. Berlin.
 90 SCHLIJTER, Ing. R., Bauabteilung des Materialprüfungsamtes. Stockholm.

- 346 SCHMIDHEINY, Ing. E., Techn. Direktor Aargauischer Portlandzementfabrik Holderbank-Wildegg.
 30 SCHMIT, M., Machinefabriek Gebr. STORK & Co. Hengelo.
- 237 SCHOB, Prof. A., Abt. Vorstand im staatl. Materialprüfungsamt. Berlin-Lichterfelde.
- 523 SCHOEN, Ing. M. J., Zaandam.
 12 SCHOENMAKER, Dr. P., Art. Constr., Werkplaatsen Hembrug. Zaandam.
- 359 SCHOLTE, Ing. H. F. Den Haag.
- 315 SCHÖNBERG, Baudirektor A., Electrowerke Akt. Ges. Berlin.
- 131 SCHRÖDER, Ing. A., F. L. SMIDT & Co. Av. Ltd., Kopenhagen.
- 316 SCHROEDER, Ing. E., Aargauische Portland Zementfabrik, Holderbank-Wildegg.
- 561 SCHUDEBOOM, M. G., Utrecht.
- 358 SCHULER, Firma L. Akt. Ges. Göttingen.
- 276 SCHULZ, Dr. Ing. E. H., Vereinigte Stahlwerke Dortmunder Union. Dortmund.
- 307 SCHULZ, Regierungsbaurat Dr. M., Deutsche Reichsbahngesellschaft, Eisenbahnwerk Brandenburg West. Brandenburg-Kirchmöser.
- 441 SCHWENKE, BAUMEISTER M. Dresden.
- 304 SCHWERTNER, A. VON. Budapest I.
 81 SCHWEZOW, Prof. B., Institut. expérimental des silicats. Moscou.
- 509 SCHWINNIG, Prof. Dr. W. Dresden.
- 238 SCIFONI, Ing. E. N., Ancien membre de l'Association pour l'Essai des Matériaux. Rome.
- 324 SECKLER, Ing. M., Ing. Princ. des chemins de fer d'Alsace et de Lorraine Strasbourg.
- 203 SERVAIS, J., Chef des essais métallogr. de la société des chemins de fer belges. Secrét. de la commission de réception de matériel de voie. Bruxelles.
- 125 SIDORIN, I. Prof., Zentral Aero-Hydrodyn. Institut. Moscou.
- 240 SIEMENS BAUNION G. M. B. H. KOMMANDITGES. Berlin-Siemensstadt.
- 367 SLIM, Ing. C., Hoofding. b. d. Publieke Werken, Amsterdam.
 7 SMULDERS, Firma A. F., Schiedam.
- 133 S. A. DES CHARBONNAGES DE MARIEMONT—BASCOUP, Mariemont (Fr.).
- 420 SOLBORG, Generaldirektor Armco-Eisen. Köln.
- 364 SONDEREGGER, A., Betriebsdirector ESHER, WIJSS & Co. Zürich.
 70 SPINDEL, Oberbaurat Ing. M., Leiter des Materialprüfungslaborat. der Österr. Bundesbahnen. Innsbrück.
- 95 STAATSMIJNEN. Limburg.
- 354 STADSREINIGING. Amsterdam.
- 106 STÄGER, Dr. H., BROWN, BOVERI & Cie. Baden (Schweiz).
- 500 STAUCH, Dr. Siemens-Schuckert Werke A. G., Berlin.
- 559 STAUDT, Ing. E., Bonn.
- 295 STECCANELLA, Ing. ATT., Ispettore Capo Sup. Direzione Generale F. S., Servizio Materiale e Trazione. Firenze.
 74 STEFFE, Ing. Dr., Oberingenieur Mannesmann Röhrenwerke. Huckingen.
- 182 STEUER, Oberbergrat Prof. Dr. A., Technische Hochschule. Darmstadt.
- 452 STIBBE, Ing. G. F. M. Rotterdam.
 39 STIELTJES, Ing. J. J., Membre du Comité d'honneur du Congrès. 's-Gravenhage.
- 198 STIGTER, Ing. D. H., Lid v. h. Bur. v. techn. adv. Ir. E. FLESSEMAN en Ir. D. H. STIGTER, Adm. d. Ned. Ver. v. Loc. sp. en Tr. w. Dir. v. h. Centr. Bur. Amsterdam.
- 122 STILLE, F., Bureau engineer Swedish State Railways. Djursholm.
- 453 STOFFELS, Ing. J. C. Den Haag.
- 338 STOICA, Directeur des chemins de fer. Bukarest.
- 298 STOLJAROW, Prof. J., Technische Hochschule Charkow.
 2 STORK, C. F., Président du Congrès. Hengelo.
- 464 STORK, C. P., D.W.zn., Hengelo.
- 88 SÛNENSON, Prof. E., Kopenhagen.

- 289 SURLEAU, A., Chef adjoint du Service de la Voie et des Bâtiments des chemins de fer de l'État français. Paris.
 135 SWEIJS, Ing. A. H., Ing. Afd. chef bij de bouwpolitie e. d. woningdienst. Rotterdam.
 227 SZERNOVICZ, G., Ingén. princ. des ateliers (Cie. des chemins de fer du Midi). Bordeaux.
 312 SZIKSZAY, G. Conseiller Ministériel an Min. royal hongrois du Commerce. Budapest I.

T

- 463 TECHN. SCHOOL, MIDDELB., Amsterdam.
 342 TELEPHOON, GEM., Amsterdam.
 260 TEODORESCU, Prof. C. C., Laboratorul de Resistentă și Incercări du Materiale. Timisoara (Roumanie).
 317 THOMA, Ing. A., Insp. der Ung. Staatsbahnen. Budapest X.
 181 THUM, Prof. Dr. A., Darmstadt.
 17 THIJSSSEN, MEIJER TIMMERMAN, Ing. W., Membre du Comité du Congrès. Amsterdam.
 21 TILLMAN, Ing. FR., Direktor der FRIEDR. KRUPP Grusonwerke A. G. Magdeburg.
 391 TJADEN, MEVR., Membre du comité de Dames, Amsterdam.
 390 TJADEN, Ing. M. E. H., Membre du Comité d'Organisation du Congrès. Amsterdam.
 199 TOMITCH, Prof. DOUCHAN, Dir. du Laborat. Royal pour l'Essai des Matériaux. Belgrade.
 384 TÖNNESSEN, Ing. H., Chef-ing. Statsbanernes Kantorer. Oslo.
 170 TORRES, Ing. E., Insp. de Travaux Publics. Porto.
 136 TOUTAIN, Ing. L., Ing. Princ. du chemin de fer du Nord. Paris.
 254 TOUZÉ, Ing. LE, Ing. des Installations électriques à la Compagnie des chemins de fer P. L. M. Paris.
 355 TRAM, GEM., Amsterdam.
 477 TRATZ, E., Maschinenfabrik Augsburg-Nürnberg A. G., Nürnberg.
 179 TREET, Ing. H. G. A., Dir. der N. V. Nederl. Aanneming Mij., v. h. Firma H. F. BOERSMA, 's-Gravenhage.

V

- 234 VALCKE, E., Société nat. des chemins de fer de Belgique. Bruxelles.
 204 VANDEPERRE, Dr. Ing. L., Assistant à l'Université. Bruxelles.
 400 VANDONE, Ing. ITALO, Direttore del Instituto Sperimentale Stradale du T. C. I. Milaan. Délégué par le ministère des Travaux Publics d'Italie. Sindicato Nazionale Ingegneri d'Italie.
 508 VEEN, Dr. Ing. A. L. W. E. v/D, 's-Gravenhage.
 305 VÈR, Dr. Ing. T., Technische Hochschule. Budapest. I.
 461 VERHEY, Ing. M. G., Dir. der N. V. Lak- en Verffabriek „Premier”. Loosduinen.
 529 VETTEWINKEL, K., Amsterdam.
 157 VIGIL, F. G., Direttore del Establecimiento Industrial de Ingenieros Madrid.
 323 VIGNAU, Ing. L., Ing en Chef adjoint de l'Exploitation des chemins de fer d'Alsace et de Lorraine. Strasbourg.
 410 VINÁRIJ-VETTER, VITÉZ ERVIN, Ministerialsektionsrat. Budapest.
 249 VINET, Ing. M., Ing. des Ponts métalliques. Paris XIII.
 361 VOGELER, Regierungsbaurat W., Berlin Tempelhof.
 132 VOGEL JÖRGENSEN, Ing. M., F. L. SMIDTH & Co. Akt. Ges. Kopenhagen.
 380 VOLKERS, Ing., W. S. Afd. Kennis en Onderzoek v. Bouwstoffen Technische Hoogeschool. Delft.
 52 VREDEVELD, A. J., Utrecht.
 404 VRIES, H. DE. Helder.

- 357 VRIES, Dr. O. DE, Dir. v/h. Proefstation voor rubber te Buitenzorg, Arnhem.
 513 VRIES, Ing. P. J. OTT. DE, Membre du Comité d'honneur du Congrès. 's-Gravenhage.

W

- 258 WAGNER, Ing. J., Dommeldingen (Luxemburg). Aciéries Réunion de Burbach-Eich-Dudelange.
 215 WALKER, PERCY H., Bureau of Standards. Washington.
 392 WALLEN, Ing. P. F. VAN DER, Membre du Comité d'Organisation du Congrès. Brielle.
 63 WALLER, Dr. F. G., Membre du Comité d'honneur du Congrès, Delft.
 6 KON. ROTTERD. BETONIJSER MIJ. v/h VAN WANING. Rotterdam.
 348 WATERLEIDINGEN, GEM., Amsterdam.
 266 WELICHOW, Prof. P., Wegebau-Institut. Moscou.
 62 WELTER, Dr. G. Frankfurt a/M.
 109 WERNER, Dr. M., I. G. Farbenindustrie Akt. Ges. Wiesdorf-Köln.
 282 WESCHE, A. C. E., Superintendent of the Laboratorij of the Danish State Railwajis Mech. Department. Kopenhagen.
 394 WESTBERG, S. Düsseldorf.
 356 WESTHOFF, Ing. L. C., Hilversum.
 311 WHITE, Prof. A. E., Prof. of Metallurgical Engineering University of M. Michigan.
 45 WIBAUT, Membre du Comité d'honneur du Congrès. Amsterdam.
 146 WILHELM, Ing. R. Gebrüder SULZER Akt. Ges. Winterthur.
 WIRTZ, Ing. F. Ç. Directeur v.h. Rijksinstituut voor Brandstoffen Economie, den Haag.
 98 WISSELINK, Ing. W. J., Dir. der N. V. Gewapend Betonbouw „De Kondor“. Amsterdam.
 389 WOLFF, Mevr., Membre du Comité de Dames. Bussum.
 388 WOLFF, Dr. Ing. E. B., Membre du Comité d'Organisation du Congrès. Bussum.
 454 WOLFF, Dr. H., Ludwigshafen a/Rhein.
 60 WOLTERBEEK, Ing. C., Ing. v/d. Rijkswaterstaat, Zutphen.
 353 WONINGDIENST, GEM., Amsterdam.
 51 WORTMAN, Dr. Ing. H., Dir. Gen. der Zuiderzee-werken, 's-Gravenhage.
 479 WUNDER, Ing. W., Obering. A. E. G., Berlin-Karlshorst.
 409 WÜRTH, Dr. Ing. K. Schlebusch.
 149 WIJSZOMIRSKI, Dr. A. Neu-Rössen. Kreis Merseburg.

Z

- 407 ZAVADIL, Ing. STAN, Conseiller au Ministère des Chemins de fer, Praha, Karlin (Tchéco-Slov.).
 142 ZEERLEDER, Dr. Ing. DE, Ing. en chef Aluminium industrie Neuhausen. Neuhausen (Suisse).
 117 ZUNCKEL, Ing. Oberingenieur u. Direktor des Schlesischen Vereins sur Überwachung von Dampfkeseln. Breslau.



TABLEAU DES PARTICIPANTS DES DIVERSES NATIONS

Allemagne	114	dont	17	dames
Amérique	20	"	5	"
Angleterre	14	"	3	"
Autriche	11	"	1	"
Belgique.	24	"	1	"
Danemaerk	12			
Espagne	4			
France	50	"	9	"
Hollande	179	"	18	"
Hongrie	23	"	2	"
Italië	23	"	4	"
Japon	1			
Luxembourg	1			
Norvège	2			
Pologne	2			
Portugal.	1			
Roumanie	8	"	2	"
Russie	15			
Yugo-Slavie	2			
Suède	16	"	1	"
Suisse	23	"	2	"
Tchéco-Slovaquie	11	"	1	"
Total	556	dont	66	dames

