

die Röhren *b* und *c* mittels kleiner Korkstopfen verschlossen.

Will man einen Versuch ausführen, so nimmt man den Gummistopfen aus der Glasflasche, stellt den Cylinder, in welchen die zu untersuchende Substanz gepresst ist, in den Platinkorb und wickelt dessen Zündungsdraht so um die beiden Platindrähte *d* und *e*, dass bei der später folgenden elektrischen Zündung der Strom durch denselben gehen muss. Hierauf füllt man die Flasche mit destillirtem Wasser, schliesst sie mit einem gewöhnlichen Stopfen und stellt sie in einer grossen Porzellanschale auf einen eisernen Dreifuss verkehrt auf. Hierauf giesst man so viel Wasser in die Porzellanschale, dass der Flaschenhals gerade eintaucht. Nach Entfernung des Stopfens wird die Flasche nun in gewöhnlicher Weise mit Sauerstoff gefüllt. Sehr bequem sind für diesen Zweck die von Dr. Elkan in den Handel gebrachten Behälter mit auf 100 Atmosphären verdichtetem Sauerstoff. Die gefüllte Flasche wird zunächst wieder mit einem Stopfen verschlossen und aufrecht gestellt. Hierauf nimmt man den Stopfen heraus und senkt die zu verbrennende Kohle an ihrem Drahtgehänge in die Flasche. Da der Sauerstoff schwerer als die Luft ist, so tritt bei diesem Öffnen nicht nennenswerth davon aus. Da sich bei der Verbrennung ein ganz geringer Überdruck in der Flasche bildet, so ist es zweckmässig, den Gummistopfen mittels einer Drahtligatur fest zu binden, damit er nicht etwa herausgedrückt wird. Der so vorbereitete Apparat wird mit den Polen einer Tauchbatterie von 6 Elementen verbunden, die Kohle durch Abschmelzen des Platindrahtes gezündet. Hat man nun die Kohle ganz weit unten in der Flasche hängen, so erfolgt die Verbrennung ohne jede Schwierigkeit, indem die heissen aufsteigenden Verbrennungsproducte sich im oberen Theil der Flasche ansammeln, so dass unten immer frischer Sauerstoff Zutritt.

Nach der Verbrennung erzeugt man durch Aufgiessen von etwas kaltem Wasser in der Flasche einen geringen Überdruck gegen die äussere Atmosphäre und führt dann mittels des Hahntrichterrohres etwa 100 cc destillirtes Wasser, dem man 5 cc concentrirte Salzsäure und ein ganz kleines Tröpfchen reines Brom zugesetzt hat, ein.

Da ein grosser Theil des bei der Verbrennung gebildeten Wassers in Form äusserst feiner Bläschen als Nebel in der Flasche schweben bleibt, so lässt man die Flasche etwa eine Stunde ruhig stehen, auf alle Fälle so lange, bis der Nebel vollständig verschwunden ist. Hierauf spült man alle

Theile der Flaschenwandung sorgfältig mit dem eingebrachten Wasser und giesst dieses in ein Becherglas.

Bei Schwefelbestimmungen in Kohlen, wo wegen der vorhandenen Aschenbestandtheile immer eine Filtration der gebildeten salzsauren Lösung der Schwefelsäure nothwendig wird, wäscht man die Flasche, den Platinkorb und die Platindrähte in der Weise mit Portionen von je etwa 75 cc Wasser ab, dass man mit der Filtration der ersten Portion sofort beginnt und dann die Möglichkeit besitzt, ohne das Gesamtvolumen der Waschwässer irgend zu vermehren, mit den verschiedenen Waschwässern nach einander die Flasche, die benutzten Bechergläser und das Filter zu waschen. Es ist leicht möglich, unter Anwendung von 500 cc Wasser aus Flasche, Filter und Bechergläsern in der beschriebenen Weise alle Schwefelsäure ganz vollständig herauszulösen.

Die gesammelte Flüssigkeit wird zum Sieden erhitzt und in gebräuchlicher Weise mit Chlorbaryum gefällt, der gebildete schwefelsaure Baryt filtrirt, geglüht, gereinigt und gewogen.

Nachfolgende Beleganalysen zeigen den Grad der Genauigkeit, welcher in der beschriebenen Weise erreicht werden kann.

1) Die Analyse eines Kuhcaseins (dargestellt durch 3maliges Auflösen und 3maliges Füllen mit Essigsäure in der Kälte) ergab bei der Verbrennung in der Flasche ganz übereinstimmend in zwei Versuchen 0,74 Proc. Schwefel.

Nach den genauen Bestimmungen von Hammarsten schwankt der Gehalt zwischen 0,74 bis 0,79 Proc.

Die Schwefelbestimmung in verschiedenen Braunkohlen ergab:

- | | | | | | |
|----|-------------|----------------|-------|-------------|-------|
| 1) | Kohle I | in der Glasfl. | 0,74, | nach Eschke | 0,66 |
| 2) | - II - - - | - | 0,86 | - | 0,85 |
| 3) | - III - - - | - | 0,95 | - | 0,91. |

Die Resultate zeigen, dass die vorhandenen Differenzen vollständig innerhalb der nicht zu umgehenden Versuchsfehler liegen, so dass die Methode in Bezug auf Einfachheit, Schnelligkeit und Genauigkeit der Ausführung nichts zu wünschen übrig lässt.

Zur Beurtheilung von Feuerungen.

Von

Ferd. Fischer.

1. Wärmemessung. Vielfache Anfragen bez. der d. Z. 1890, 589 beschriebenen Vorrichtung zur calorimetrischen Bestimmung hoher Wärmegrade betreffen die

Art der Metallcylinder und eine bequeme Berechnung.

Für Schmiedeeisen ergibt sich nach Versuchen von Weinhold¹⁾:

T	1 k Wasserw. u. 1 k Eisen	t - t ₁ 250 g Wasserw. u. 20 g Eisen
400°	49	3,9
500	64	5,1
600	80	6,4
700	98	7,8
800	117	9,4
900	138	11,1
1000	161	12,9

Somit bei 20 g Eisen und 250 g Wasser:

t - t ₁	T	Für je 1/10°
4°	410°	8°
5	490	8
6	570	7
7	640	7
8	710	7
9	780	6
10	840	6
11	900	6

Zeigt das Thermometer vor dem Einwerfen des Metallcylinders t₁°, nachher t°, beträgt somit die Temperaturzunahme t - t₁, so ist die gesuchte Temperatur = T + t. Beträgt z. B. der Wasserwerth des Calorimeters 250 g Wasser, die Temperatur des Wassers t₁ = 12,0°, nach dem Einwerfen des 20 g schweren Eisencylinders t = 20,3°, so ist t - t₁ = 8,3°, entspr. 710° + (3 · 7) = rd. 730°.

Dagegen ergibt sich nach Pionchon (d. Z. 1891, 61) für reines Eisen:

T	1 k Wasserw. u. 1 k Eisen	t - t ₁ 250 g Wasserw. u. 20 g Eisen
400°	62,5	5,0
500	68,5	5,3
600	87,5	7,0
700	111	8,9
800	136	10,9
900	157	12,6
1000	179	14,3

Demnach wesentlich andere Zahlen; diese Abweichungen lassen sich durch die Verunreinigungen des Schmiedeeisens umsoweniger erklären, als nach Osmond (d. Z. 1890, 361) Beimengungen die Erkaltung des Eisens unregelmässiger gestalten, während hier die Zahlen für Schmiedeeisen regelmässiger sind als für reines Eisen. Berücksichtigt man ausserdem die leichte Oxydirbarkeit des Eisens, so erscheint dieses Metall für genaue Bestimmungen wenig geeignet.

Von Platin wird man — des hohen Preises wegen — ebenfalls nur 20 g schwere Cylinder nehmen; der geringeren spec. Wärme wegen ist dann ein kleineres Calorimetergefäss von zus. 120 g Wasserwerth zu empfehlen. Nach Versuchen von Violle (C. r. 85, 543) berechnen sich dann folgende Werthe:

T	1 k Wasserw. 1 k Platin	t - t ₁ 120 g Wasserw. 20 g Platin
400°	13,16	2,19
500	16,60	2,77
600	20,10	3,35
700	23,66	3,94
800	27,28	4,55
900	30,96	5,16
1000	34,70	5,78
1100	38,50	6,42

Demnach bei 20 g Platin und 120 g Wasserwerth:

t - t ₁	T	Für je 1/10 (t - t ₁)
2°	366°	17°
3	540	17
4	710	16
5	874	16
6	1034	16
7	1190	16

Der allgemeinen Anwendung des Platins steht leider der hohe Preis desselben entgegen. Ich verwende daher auch reines Nickel¹⁾, welches sich vor dem Eisen durch Beständigkeit und gleichmässige spec. Wärme auszeichnet. Nach Pionchon ergibt sich:

T	1 k Wasserw. u. 1 k Nickel	t - t ₁ 250 g Wasserw. 20 g Nickel
400°	51	4,08
500	64,5	5,16
600	78	6,24
700	93	7,44
800	108	8,64
900	123,5	9,88
1000	140	11,20
1100	156	12,48
1200	173	13,84

Demnach bei 250 g Wasserw. u. 20 g Nickel:

t - t ₁	T	Für je 1/10 (t - t ₁)
4°	393°	9°
5	486	9
6	580	8
7	663	8
8	747	8
9	830	8
10	910	8
11	985	8
12	1060	8
13	1140	8

[Fortsetzung folgt.]

Hüttenwesen.

Die Hüttenkunde im Jahre 1891. (Schluss von S. 362.)

Walrand (Stahleisen 1891, 825) theilt mit, dass es ihm nunmehr gelungen sei, auch die allerkleinsten Chargen bis herab zu 200 k zu verarbeiten, hält aber sein Verfahren vorläufig noch geheim. Wilmotte (Engl. P. 1891 No. 12165) will die Bessemerbirne durch eine Pfanne ersetzen, in

¹⁾ Vgl. F. Fischer: Chemische Technologie der Brennstoffe (Braunschweig, 1880) S. 61.

¹⁾ Dieselben wurden vom Universitätsmechaniker W. Apel in Göttingen geliefert.