

tionsflasche befestigt; die Dämpfe treten durch die seitliche Öffnung *a* ein, die niedergeschlagene Flüssigkeit tropft durch die ausgezogene Spitze in den Ballon zurück. Die Dämpfe entweichen dann durch Rohr *c* und *f*, während etwa mitgerissene Tropfen durch *d* zurückgeführt werden.

Fig. 186 zeigt dieselbe Vorrichtung mit eingesetztem Thermometer *g*, für fractionirte Destillation.

### Vereinfachung am Kohlensäure-Apparat von Lunge und Marchlewski.

Von

G. Lunge.

Bei längerem Gebrauche im hiesigen Laboratorium hat es sich gezeigt, dass man dem „Entwicklungskölbchen“ des von Marchlewski und mir construirten Kohlensäure-Bestimmungsapparates (d. Z. 1891, 229) statt der a. a. O. S. 231 gezeichneten Form, die den Fehler grosser Zerbrechlichkeit hat, besser die beistehend gezeichnete Form gibt, bei der die Röhren durch einen Kautschukstopfen hindurchtreten, und auch das Capillarrohr *a* beim Zerbrehen jeden Augenblick zu ersetzen ist. In dem von uns in d. Z. 1891 S. 412 beschriebenen Apparate für Kohlenstoffbestimmung in Eisen muss es dagegen bei den Glas-

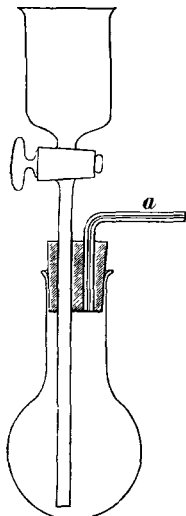


Fig. 187.

schliffen bleiben, da hier jede organische Substanz, die mit der Chromsäure Kohlensäure geben kann, ausgeschlossen werden muss.

### Über Kohlenstoffbestimmung im Stahl und über eine neue Methode derselben.

Von

Dr. Richard Lorenz.

[Fortsetzung v. S. 324.]

*Methode der directen Verbrennung im Sauerstoffstrom.*

Abgesehen von ihrer analytischen Zuverlässigkeit, leiden viele Methoden zur Bestimmung des Kohlenstoffes im Stahl und

Eisen daran, dass oft mehrere Operationen hintereinander auszuführen sind.

Im Gegensatz hierzu lässt sich die Kohlenstoffbestimmung sehr einfach durch eine Methode ausführen, welche auf der directen Verbrennung der Stahlprobe beruht.

Der Gedanke, Eisen zum Zwecke der Analyse zu verbrennen, ist nicht neu. Regnault (Ann. 30, 352) hat ihn 1839 seiner Methode der Kohlenstoffbestimmung zu Grunde gelegt. Man oxydirt hierbei das Eisen im Zustande allerfeinster Vertheilung in einem Gemenge von Bleichromat und chloresaurem Kali. Dieses Verfahren wurde später von Broméis (Ann. 43, 241), Kudernatsch (J. pr. Chem. 40, 499), Mulder (Jahresb. 1860, 651), Herman (Chem. Soc. J. [2] 8, 375) und Dunstan (Jahresb. 1880, 1179) weiter ausgebildet, aber ohne sich ebensowenig, wie die ursprüngliche Methode von Regnault, zu bewähren. Die Resultate fallen stets zu niedrig aus, wie dies Uelsmann (Dingl. 220, 534), Justum (Chem. N. 41, 17), Westmoreland (das. 41, 152) und insbesondere Tosh (das. 16, 67, 94 u. 168) nachgewiesen haben.

Fragt man sich, weshalb diese Methode zu niedrige Resultate ergibt, so kann dies nur darin gesucht werden, dass auch bei feinsten Vertheilung die vorhandenen Partikelchen während der Verbrennung mit einer Kruste von Eisenoxyd überzogen werden, welche den weiteren Fortgang der Oxydation verhindert.

Was müsste aber die Bedingung sein, damit der Oxydationsprocess unter allen Umständen, auch bei grösseren und grossen Partikeln, bis in das Innerste gleichmässig vordränge und auf solche Weise quantitativ verlief? Dies ist leicht zu beantworten: Würde das Eisenoxyd, welches die Partikel einhüllt, als Sauerstoffüberträger wirken, dann würde Stahl, unabhängig von der Feinheit der Pulverisirung, quantitativ oxydirt werden können. Es würde dann nicht eine Reaction zwischen Kohlenstoffeisen und Sauerstoff, sondern eine Reaction zwischen Eisenoxyd und Kohlenstoffeisen stattfinden.

Man weiss, dass dies bei niederen Temperaturen nicht der Fall ist, und das ist der Grund, warum jedes Streben, die Methode von Regnault zu verbessern, vergeblich gewesen ist.

Aus der Theorie des Bessemerprocesses ist aber bekannt, dass dieselbe Reaction ganz glatt verläuft, wenn die beiden reagirenden Bestandtheile geschmolzen sind. Es war daher zu erwarten, dass

eine bei Weissglut vorgenommene Verbrennung gute analytische Resultate ergeben würde.

In ein Porzellanrohr wurde in einem Schiffchen die zu analysierende Probe in Form einer gewogenen Menge von Bohrspähnen eingeschoben. Das Porzellanrohr war einerseits mit zwei Gasometern (Luft und Sauerstoff) und mit Trockenapparaten in Verbindung, andererseits befanden sich an demselben die Trocken- und Wägeapparate für Kohlensäure. Das Rohr wurde jetzt zur Weissglut erhitzt und zugleich Sauerstoff durch den Apparat geleitet.

110) 3,6964 g eines Stahles von 0,9 bis 1,0 Proc. (nach der Chlormethode ergaben bestimmt) 0,0426 g  $\text{CO}_2$  = 0,3 Proc. C.

111) 3,7598 g der Stahlsorte A ergaben auf dieselbe Weise behandelt 0,0252 g  $\text{CO}_2$  = 0,18 Proc. C.

Das Resultat ist in beiden Fällen bedeutend zu klein. In dem Schiffchen befanden sich wohlgeflossene Massen von Eisenoxyd, welche zu schönen Eisenglanzoctaedern erstarrt waren. Es schien undenkbar zu sein, dass in dieser Masse unverbrannter Kohlenstoff sich befinden sollte. Jetzt wurde ein Zuschlag von Bleichromat im Schiffchen angewandt:

112) 3,7608 g Bohrspähne des Stahles A ergaben 0,0744 g  $\text{CO}_2$  . . . . . = 0,54 Proc. C.

113) 3,6753 g derselben Probe ergaben auf dieselbe Weise 0,0729 g  $\text{CO}_2$  . . . . . = 0,54 Proc. C.

Nach diesen Versuchen schien durch Bleichromat eine gründlichere Oxydation stattzufinden. Als Zuschlag wurde jetzt Borax gewählt. Dies sollte bezwecken, alles gebildete Eisenoxyd aufzulösen und daher die vollkommene Oxydation auch ohne das Bleichromat herbeizuführen.

114) 2,7591 g des Stahles A ergaben 0,0204 g  $\text{CO}_2$  = 0,2 Proc. C.

In dem Rohre befand sich nach dem Zerschlagen desselben ein wohlgeflossenes durchsichtiges Boraxglas, in welchem kein Kohlenstoff mehr vorhanden war. Es war somit aller Kohlenstoff oxydirt worden, trotzdem das Resultat zu niedrig ist. Hieraus folgt, dass sich bei dieser Reaction Kohlenoxyd bildet.

Es wurde jetzt zwischen dem Porzellanrohr und den Wägeröhrchen ein gewöhnlicher Verbrennungsofen eingeschaltet, in welchem sich ein mit Kupferoxyd beschicktes Rohr befand.

Stahl A.

115) 2,3028 g direct im O-Strome verbrannt, ergaben 0,0536 g  $\text{CO}_2$  . . . . . = 0,63 Proc. C.

116) 1,4688 g ebenso 0,0342 g  $\text{CO}_2$  = 0,63 - -

Die Zahlen werden höher, das Kohlenoxyd wird vollständig in Kohlensäure umgewandelt. Die Resultate stimmen mit den nach

der Kupferchloridchlorammoniummethode erhaltenen Maximalwerthen für diese Stahlsorte überein.

Ehe ich zu der genauen Mittheilung der auf diese Weise begründeten neuen Methode zur Bestimmung des Kohlenstoffes im Stahl übergehe, lasse ich die Beschreibung des Ofens folgen, der zur Ausführung dieser Methode nothwendig ist. Es ist dies ein von mir construirter Apparat zur Erhitzung von Porzellanröhren auf sehr hohe Temperaturen, der zugleich eine feine Temperaturregulirung, auch an verschiedenen Stellen des Glührohres, gestattet (vgl. Z. anorg. Chem. 3, 220). Ich lasse das für unsere Zwecke Wichtige aus dieser Beschreibung folgen.

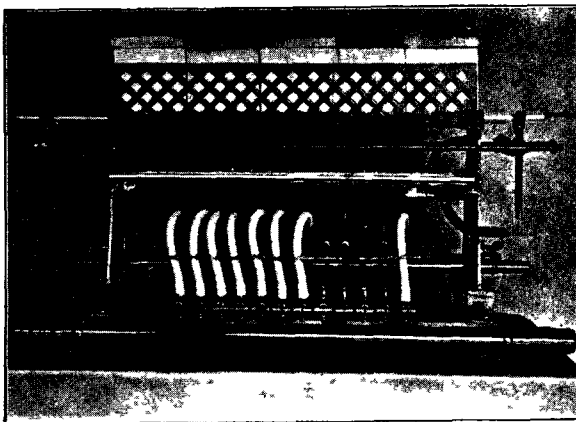


Fig. 188

Der neue Ofen ist nach Art eines Glasers'schen Verbrennungsofens gebaut, wie er bei organischen Analysen gebraucht wird, mit den zur Erzeugung von Weissglut nothwendigen Änderungen. Er besteht aus zwei Seitenwänden, welche durch Eisenstangen verbunden sind, unten aber (hinten) auf dem Boden stehen und (vorn) auf dem Gaszuleitungsrohre aufgeschraubt sind (Fig. 188). Dieses so gebildete Grundgestelle dient in seinem unteren Theile als Träger des Brennersystems. Oben befinden sich die beiden brückenartigen Muffelträger. Sie liegen auf den Seitenwänden des Grundgestelles auf und können parallel zu sich selbst verschoben werden, so dass eine Vergrößerung oder Verkleinerung des Feuerraumes möglich ist.

Die Muffeln bestehen aus Seitenmuffeln und Deckmuffeln aus Scharmottemasse. Die Seitenmuffeln bestehen aus massiven gradwandigen Klötzen, 10 cm lang, 10 cm hoch und 5 cm dick; sie werden in den Muffelträgern aufgestellt. Die Deckmuffeln haben eine dachartige Form, sind an der Unter-

seite gerade, oben beiderseits abgeschrägt und in der Mitte mit Löchern versehen, welche den Flammen als Schornstein dienen. Die Deckmuffeln kommen auf die Seitenmuffeln zu liegen, eine andere Stütze für sie ist nicht vorhanden.

Der Feuerraum des Ofens ist allseitig gerade begrenzt, das Brennersystem kann höher oder tiefer gestellt werden. Die Brenner selbst sind auf das Luftzuführungsrohr aufgeschraubt. Jeder Brenner ist nach Art eines Gasgebläsebrenners construirt. Die äussere Hülle dient der Zufuhr des Leucht-gases. Ein seitlicher Fortsatz dient dazu, das Gas zuzuleiten. Dem Ofen wird das Gas durch das erwähnte (vorn liegende) grosse Gaszuleitungsrohr zugeführt; auf diesem sind eine Reihe von Gashähnen befestigt. Sie werden mittels Kautschuk-schläuchen mit den Brennerfortsätzen verbunden. In der Mitte jedes Brenners befindet sich ein dünnes Messingrohr, welches etwas kürzer ist als dieser. Drei Stell-schrauben erlauben es, dies Röhrchen sehr genau centrisch zu stellen. Hier entströmt die Pressluft. Nach unten endigt das Luft-röhrchen in den massiv hergestellten Bren-nerfuss, und es befindet sich hier ein Hahn, welcher die Luftzufuhr regelt. Diese Luft-hähne sind sehr langstielig gebaut, so dass ihre Griffe über den Griffen der Gas-hähne zu liegen kommen. Die obere Griff-reihe besteht also aus den Luftzufuhr-hähnen, die untere aus den Gashähnen. Das Porzellanrohr ruht auf zwei Klammern, die sich auf den schon erwähnten Eisenstangen befinden, welche die beiden Seitenwände des Gestelles miteinander verbinden; sie können auf denselben verschoben werden. Der Theil der Klammern, auf welchem das Rohr aufliegt, kann nach oben und unten verschoben werden, so dass das Glührohr im Feuerraum gehoben und gesenkt werden kann.

Um die Kautschukschläuche, die Bren-ner und die Lufthähne vor Hitze zu schützen, sind an beiden Seiten des Ofens breite Kupferblechkästen angebracht, mit Asbestpappe bekleidet, durch welche Kühl-wasser fiesst. Die Enden des Porzellan-rohres werden mit Bleikühlschlangen um-wickelt.

[Schluss folgt.]

## Brennwerthbestimmungen.

Von

Ferd. Fischer.

Im Anschluss an die frühere Mittheilung (d. Z. 1892, 542) soll nun die Brennwerthbestimmung von Holz, Torf, Braunkohle und Steinkohle an Beispielen gezeigt werden.

1. Holz. Die Untersuchungen von Brix<sup>1)</sup> am Dampfkessel können als Brennwerthbestimmungen von Holz nicht bezeichnet werden.

A. Tuchs Schmid<sup>2)</sup> verwandte zur Bestimmung des Brennwerthes verschiedener Holzarten einen 75 cm breiten und 115 cm hohen eisernen Bottich, in welchem ein eiserner Verbrennungssofen angebracht war. Der Zwischenraum war mit Wasser gefüllt; die Verbrennung von je 3 k Holz im Luft-strome dauerte  $1\frac{3}{4}$  bis 2 Stunden. Er fand z. B. für 1 k lufttrocknes Buchenholz 3066 bis 3340 W. E. und glaubt, die Heizkraft des Holzes nehme mit dem Alter desselben ab.

Der Feuchtigkeitsgehalt der Holzproben wird nicht angegeben, noch weniger Analysen derselben, die Verbrennungsproducte wurden ebenfalls nicht untersucht, so dass mit diesen Untersuchungen nichts anzu-fangen ist.

E. Gottlieb (J. pr. Ch. 28, 385) ver-brannte im Sauerstoffstrome 2 g lufttrocknes geraspeltes Holz; von einer zweiten Probe wurde die Elementaranalyse ausgeführt. Er findet für lufttrocknes Buchenholz 4085 bis 4190 W. E., also ganz erheblich mehr wie Tuchs Schmid. Gottlieb hat aber die Verbrennungsproducte nicht untersucht, auch nicht das im Calorimeter verflüssigte Wasser berücksichtigt<sup>3)</sup>, so dass seine Endzahlen nicht genau sind. Für den Hauptbestand-theil des Holzes, den Zellstoff (Baumwolle) fand er 4155 W. E. Dagegen fand C. v. Rechenberg (J. pr. Ch. 22, 24) 4452 W. E., Berthelot und Vieille 4209 W. E., Stohmann 4146, Stohmann und Lang-bein (d. Z. 1892, 336) 4185 W. E.

<sup>1)</sup> Untersuchungen über die Heizkraft der Brennstoffe Preussens (Berlin 1853); vgl. Ferd. Fischer: Chemische Technologie der Brennstoffe (Braunschweig 1880 u. 1887) S. 130; Fortsetzung erscheint im Herbst.

<sup>2)</sup> Vortrag auf der Vers. der aargauischen Natur-forschenden Gesellschaft in Brugg am 8. Juni 1890.

<sup>3)</sup> Diesen Fehler hat auch Schwachhöfer (Z. anal. 1884) bei seinen Brennwerthbestimmungen gemacht, wie ich bereits früher (Chemische Tech-nologie der Brennstoffe, Braunschweig 1887 S. 397) nachgewiesen habe, so dass auch seine Bestim-mungen ungenau sind.

[Fortsetzung folgt.]