

Zur Analyse des Calciumcarbids.

Von

Dr. Heinrich Bamberger.

Im Anschluss an die Abhandlung S. 196 d. Z., in welcher ich eine gewichtsanalytische Bestimmung des Calciumcarbids angab, theile ich mit, dass man die Bestimmung der Verunreinigungen des Acetylens, spec. die des Phosphor- und Schwefelwasserstoffs, mit der directen Analyse verbinden kann, indem man an das Chlorcalciumrohr einen Zehn-kugelapparat mit Oxydationsflüssigkeit anschliesst, wie es Lunge und Cedercreutz (d. Z. 1897, 651) angegeben haben. Unter Berücksichtigung der von mir angegebenen Vorschriften kann man hierdurch eine genaue Acetylenbestimmung mit der des Phosphor- und Schwefelwasserstoffs combiniren, während dies bei den volumetrischen Bestimmungen wegen der Löslichkeit des Phosphor- und Schwefelwasserstoffs in den Absperrflüssigkeiten nicht möglich ist. (Statt der unterchlorigsauren Salze dürfte sich auch Natriumsuperoxydlösung eignen; doch konnte ich bis jetzt darüber keine maassgebenden Versuche anstellen.)

Von den für Laboratoriumszwecke angegebenen Methoden der Gasausbeutebestimmungen habe ich die von R. Fuchs und R. Schiff (Chemzg. 21, 875) beschriebene einer häufigen Anwendung und Controle unterzogen und kann ihre Brauchbarkeit bestätigen. Das Princip derselben besteht darin, dass das abschliessende Wasser mit einer Ölschicht — die mit Acetylen gesättigt ist — bedeckt wird, und das Gas nur auf die Oberfläche derselben geleitet wird. Für zahlreiche Analysen ist diese Methode etwas umständlich, und durch die Bewegung des Wassers und der Ölschicht bilden sich an den Glaswandungen trübe, schmutzig scheinende Flecke, weshalb ich folgende Modification anwandte.

Als Gasometer dient eine etwa 20 l fassende Flasche *A* (Fig. 79), die unten einen Tubus hat, durch den sie mittels Gummischlauch mit einer gleichen Flasche *B* in Verbindung steht. Flasche *A* hat eine Eintheilung in 0,1 l und hat als Absperrflüssigkeit eine conc. Kochsalzlösung, die bei Zimmertemperatur

mit Acetylen gesättigt ist. Als Entwicklungsgefäss dient eine doppelhalsige Flasche *C*, in der das gekörnte Carbid abgewogen wird, und die einen Tropftrichter und eine mit Baumwolle gefüllte Röhre trägt. Man verbindet *C* in *A*, notirt den Stand der Flüssigkeit mit *A* und lässt durch den Tropftrichter das Wasser langsam zum Carbid tropfen, nachdem Quetschhahn *D* geöffnet ist. Das

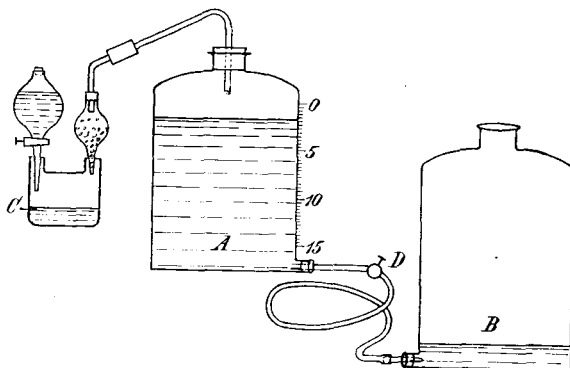


Fig. 79.

entwickelte Gas verdrängt das Wasser nach der tieferstehenden Flasche *B*. Nach Beendigung der Reaction stellt man die Flüssigkeit in beiden Flaschen auf gleiches Niveau ein und liest den Stand in *A* ab. Die Differenz mit dem anfänglich notirten Stande gibt unter Berücksichtigung von Temperatur und Druck das Gasvolumen an. Bei Vornahme einer neuen Analyse stellt man *B* hoch und lässt die Flüssigkeit nach *A* zurückfließen. Es ist für die Genauigkeit und Schnelligkeit der Ausführung von Vorthail, die Flasche *B* auf einem verschiebbaren Gestell zu befestigen.

Es ist leicht ersichtlich, dass diese Modification an Einfachheit nichts zu wünschen übrig lässt und dass ihr bedeutende Fehlerquellen nicht anhaften. Zahlreiche Analysen bestätigten mir dies in vollem Maasse. (Flaschen *A* und *B* liefern Max Kähler und Martini, Berlin W.)

Elektrochem. Laboratorium. Neheim a. Ruhr, Febr. 1898.