

dels. Nirgends aber gibt es eine Angabe über die zur Kohlenstoffbestimmung angewandte Methode. Nach der oben angegebenen Methode wurden folgende Nickelsorten untersucht:

1. Reinstes Würfelnickel von der Nickelaktiengesellschaft Fleitmann & Witte, Iserlohn:

I.	II.	Si
Gelöst: 4,2624 g	4,9788 g	4,9788 g
CO ₂ : 0,0784 g	0,0946 g	SiO ₂ : 0,0160 g
C: 0,50 %	0,52 %	Si: 0,15 %

2. Amerikanisches Rohnickel aus Philadelphia:

I.	II.	Si
Gelöst: 5,8866 g	6,5480 g	5,8866 g
CO ₂ : 0,2717 g	0,3233 g	SiO ₂ : 0,1060 g
C: 1,26 %	1,34 %	Si: 0,84 %

Die Versuche zur Darstellung von Nickelkohlenstofflegierungen erstreckten sich wiederum zuerst auf die Kohlenstoffaufnahme des Metalls bei seiner Schmelztemperatur oder wenig höher und dann bei der Hitze des elektrischen Flammenbogens. Als Ausgangsmaterial diente das oben untersuchte reinstes Würfelnickel, welches durch Lösen in Salpetersäure, Glühen und Reduzieren im Wasserstoffstrom in Metallpulver übergeführt wurde.

Versuch 1. 10 g Nickel mit 0,5 g Ruß gemischt gaben nach zweistündigem Erhitzen im Koksofen eine große Anzahl kleiner Metallkugeln. Nach dem Abblasen des überschüssigen Kohlenstoffs konnte aus diesen durch Zusammenschmelzen ein größeres Metallstück erhalten werden. Die Farbe der Bruchfläche war graphitähnlich und völlig gleichmäßig. Das Metall war so weich und zähe, daß es mit dem Meißel ähnlich wie Blei zerschnitten werden konnte. Vielleicht dürfte das so erhaltene Metall dem von Ross und Irving mit Nickelgraphit bezeichneten Produkte entsprechen. Die Analyse wurde im Druckrohr vorgenommen.

Gelöst: 2,5986 g
CO ₂ : 0,1630 g
C: 1,71 %

Versuch 2. 10 g Nickel mit 0,8 g Ruß 3 Stunden lang im Koksofen mit Gebläse auf höchste Weißglut erhitzt, lieferten wiederum zahlreiche kleine Metallkugeln, welche für sich zusammengeschmolzen eine Metallkugel gaben, die dem in Versuch 1 erhaltenen Produkte äußerlich völlig gleich sah.

Analyse. Gelöst: 4,7228 g
CO ₂ : 0,3710 g
C: 2,14 %

Ein bemerkenswerter Unterschied zeigte sich zwischen den bis jetzt erhaltenen Kohlenstoffnickellegierungen und den Kohlenstoff-

kobaltlegierungen von annähernd demselben Kohlenstoffgehalt. Während bei Kobalt ein äußerst hantes Metall mit kristallinischer Struktur entstand, sind die Nickellegierungen sehr weich, ohne Kristallstruktur, ähnlich dem durch elektrische Schmelzung erhaltenen Kohlenstoffkobalt, und unterscheiden sich äußerlich nicht von dem in den folgenden Versuchen durch elektrische Schmelzung erhaltenen Kohlenstoffnickel.

Versuch 3. 20 g Nickel wurden mit 2,5 g Ruß zusammengepreßt und 10 Minuten lang im Flammenbogen erhitzt. Die erhaltene Metallkugel spaltete beim Zerschlagen in dünne Blätter, doch war es auch mit bewaffnetem Auge unmöglich, den graphitischen Kohlenstoff als solchen von dem Metalle zu unterscheiden.

Die Analyse im Druckrohr ergab:

Gelöst: 0,8310 g
CO ₂ : 0,1400 g
C: 4,69 %

Versuch 4. 20 g Nickel mit 4 g Ruß gemischt ließen sich nur zu kleinen Metalltropfen schmelzen. Erst durch wiederholtes Abblasen des Kohlenstoffs und Schmelzen konnte hieraus ein größeres Metallkorn erhalten werden.

Analyse. Gelöst: 0,6120 g
CO ₂ : 0,1404 g
C: 6,25 %

Aus den Versuchen geht hervor, daß das Nickel ebenfalls große Neigung besitzt, im geschmolzenen Zustande Kohlenstoff aufzunehmen. Während aber bei Eisen und Kobalt ein großer Teil des Kohlenstoffs in dem erkalteten Metalle im chemisch verbundenen Zustande verbleibt, ist der von Nickel gelöste Kohlenstoff fast nur als graphitischer Kohlenstoff vorhanden. Als die höchste Kohlungsstufe des Nickels muß die Legierung mit etwa 6,25 % Kohlenstoff angesehen werden.

(Schluß folgt.)

Bestimmung von Kohlendioxyd neben Chlor besonders im elektrolytischen Chlor.

✓ Von Dr. Ing. MAX SCHLÖTTER.
(Eingeg. d. 8.1. 1904.)

Unter diesem Titel gibt C. Offerhaus¹⁾ einen Auszug aus seiner Dissertation und führt darin zur Bestimmung dieser in einem Gemisch nebeneinander vorhandenen Gase drei Methoden an, die im wesentlichen auf Absorption des Chlors und des Kohlendioxyds in Natriumhydroxydlösung beruhen. Dabei

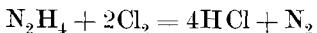
¹⁾ Diese Z. 16, 1033, (1903).

wird entweder das Chlor ermittelt durch Titration des aus Kaliumjodidlösung freigeschüttelten Jods oder die Kohlensäure durch Titration mit Salzsäure oder Oxalsäure. Dadurch, daß titrimetrische und gasometrische Bestimmung nebeneinander hergehen, also Volumen und Gewicht zueinander in Beziehung treten, wird eine langwierige Umrechnung der Resultate bedingt, die sich freilich durch Tabellen oder Faktoren vereinfachen ließe. Kurz mir scheint, daß die von Offerhaus angegebenen Methoden der für den praktischen Chemiker notwendigen Einfachheit ermangeln.

Man sollte meinen, gerade ein so reaktionsfähiges Element, wie das Chlor, böte Angriffs punkte genug, die sich zu einer gasometrischen Bestimmung desselben benutzen ließen. Tatsächlich hat ja auch Winkler die Fähigkeit des Chlors, Ferrooverbindung zu Ferriverbindung zu oxydieren, zu einer gasometrischen Bestimmung desselben benutzt. Möglicherweise ließe sich auch die salzaure Kuprochloridlösung, wie sie zur gasometrischen Bestimmung des Kohlenoxyds dient, zur Absorption des Chlors benutzen.

Ich bediente mich zur Absorption des Chlors in Gasgemischen des Hydrazins, bezw. seiner Salze.

Wie ich an anderer Stelle²⁾ ausgeführt habe, wirken die Halogene auf Hydrazinsulfat unter Entwicklung von Stickstoff im Sinne der Gleichung:



d. h. je zwei Volumina Chlor entsprechen einem Volumen Stickstoff.

Die Ausführung der Analyse gestaltet sich einfach. Man mißt in die Bunte-Bürette 100 ccm des zu untersuchenden Gases. Sollen die Volumenprozente später in Gewichtsprozente umgerechnet werden, darf man beim Einstellen das Niveaugefäß der Bunte-Bürette nur mit wenig Wasser als Absperrflüssigkeit füllen, doch tritt auch bei der üblichen Arbeitsweise mit 20 oder 25 ccm Wasser kein merkbarer Fehler auf.

Hat man 100 ccm abgemessen, so saugt man Wasser aus der Bürette und läßt dafür

²⁾ Z. anorg. Chem. 37, 164 u. ff.

Hydrazinsulfatlösung eintreten. Nachdem man einige Minuten umgeschüttelt hat, läßt man ein zweites Mal Hydrazinsulfatlösung einsaugen, was leicht geschieht, da für zwei Volumina Chlor nur ein Volumen Stickstoff entwickelt wird. Ist die Reaktion zu Ende, wovon man sich dadurch überzeugen kann, daß das Gasgemisch an Volumen nicht mehr abnimmt — dies geschieht, indem man von oben Wasser bis zum Ausgleich des Druckes zulaufen läßt —, so liest man nach einigem Warten die Volumenabnahme ab. Verdoppelt man diese Volumenverminderung, so hat man direkt die Volumenprozente Chlor.

Vor Bestimmung der Kohlensäure ist es zweckmäßig, die Hydrazinlösung so weit wie möglich abzusaugen, da nach R. Stolle³⁾ Hydrazinlösungen bei Gegenwart von Carbonaten oder Bicarbonaten sich leicht zersetzen.

Ich habe diese Bestimmungsmethode bei Gasgemischen angewandt, in denen Chlor bis zu einigen Prozenten enthalten war.

Um sie auf ihre Brauchbarkeit auch bei höherem Chlorgehalt zu untersuchen, stellte ich mir, wie Offerhaus, Gemische von Kohlensäure, Chlor und Luft her und bestimmte das eine Mal in demselben den Gehalt an Chlor und Kohlensäure nach Offerhaus, nämlich durch Absorption beider mit $\frac{1}{5}$ -n.-Natriumhydroxydlösung und Bestimmung des Chlors durch das aus Kaliumjodid ausgeschiedene Jod, das andere Mal mit Hydrazinsulfat. Ich lasse hier die erhaltenen Resultate folgen:

nach Offerhaus	mit Hydrazinsulfat
Volumenprozente	
1.	
42,86% Cl	9,5% CO ₂
2.	42,8% Cl
23,6% Cl	58,2% CO ₂
3.	24,0% Cl
33,8% Cl	58,0% CO ₂
4.	13,0% CO ₂
33,6% Cl	33,2% CO ₂

Aus diesen Werten ist zu ersehen, daß die Hydrazinmethode bei Gasgemischen von verschiedenstem Chlorgehalte zuverlässige Werte gibt. Sie hat vor den von Offerhaus angegebenen Methoden den Vorzug der Einfachheit und rascheren Ausführbarkeit voraus.

Bernburg, den 1. Januar 1904.

³⁾ J. prakt. Chem. 66, 332, (1902).

Referate.

I. I. Analytische Chemie.

Wm. H. Easton. Die elektrolytische Reduktion der Salpetersäure in Metallnitraten zu Ammoniak. (J. Am. Chem. Soc. 25, 1042. Oktober [6./7. 1903].)

Nach Vortmann (Berl. Berichte 23, 2798) läßt sich Salpetersäure quantitativ bestimmen, indem

man ihre Lösung in Gegenwart von Kupfersulfat elektrolysiert und das gebildete Ammoniak wie üblich bestimmt. Der Verf. hat nun für dieses Verfahren die günstigsten Bedingungen angegeben. 0,5 g Kalisalpeter und 0,5 g Kupfersulfat (CuSO_4) werden zu 150 ccm gelöst, man fügt 30 ccm Schwefelsäure (1,062) hinzu und elektro-